

THÈSES

présentées

A LA FACULTE DES SCIENCES DE L'UNIVERSITE DE LYON

pour obtenir

LE GRADE DE DOCTEUR ES SCIENCES PHYSIQUES

Mention Sciences-Appliquées

PAR

Joël MACK

Ingénieur I. E. N.

PREMIERE THESE

ÉTUDE DES PROCESSUS
DE SOLIDIFICATION RAPIDE DIRIGÉE
ET DES TEXTURES INTRACRISTALLINES QUI EN RÉSULTENT

DEUXIEME THESE

L'affinage des alliages de fonderie aluminium - silicium

Soutenues le 12 Juillet 1967, devant la Commission d'Examen.

M. H. LONGCHAMBON

Président

A. BOUTILLER.....

FEUVRAIS

} Examineurs

LYON

Imprimerie BOSC Frères
42, quai Gailleton, 42

1967

THÈSES

présentées

A LA FACULTE DES SCIENCES DE L'UNIVERSITE DE LYON

pour obtenir

LE GRADE DE DOCTEUR ES SCIENCES PHYSIQUES

Mention Sciences-Appliquées

PAR

Joël MACK

Ingénieur I. E. N.

PREMIERE THESE

ÉTUDE DES PROCESSUS
DE SOLIDIFICATION RAPIDE DIRIGÉE
ET DES TEXTURES INTRACRISTALLINES QUI EN RÉSULTENT

DEUXIEME THESE

L'affinage des alliages de fonderie aluminium - silicium

Soutenues le 12 Juillet 1967, devant la Commission d'Examen.

M. H. LONGCHAMBON

Président

A. BOUTILLER.....

FEUVRAIS.....

} Examineurs

LYON

Imprimerie BOSC Frères
42, quai Gailleton, 42

1967



Doyens honoraires

MM. LONGCHAMBON, MOUSSA, GAUTHIER Henri.

Professeurs honoraires

MM. de LARAMBERGUE, SOLLAUD, MENTZER, MOUSSA, JAFFARD, EYRAUD Henri,
DEJARDIN, VIRET, DUFAY Jean.

Doyen

M. BRACONNIER

Assesseurs

MM. L. DAVID, BOIDIN.

Professeurs

MM. LONGCHAMBON	Minéralogie
PRETTRE	Chimie industrielle
COURTY	Chimie-Physique
KUHNER	Botanique
MALECOT	Mécanique rationnelle et appliquée
PARIS	Chimie minérale
AUMERAS	Chimie générale II
JANIN	Physique générale
FLANDRIN	Géologie appliquée
BERNARD	Physique industrielle
NIGON	Zoologie expérimentale
GAUTHIER Henri	Géologie générale
WAUTIER	Zoologie
CHOPIN	Chimie biologique
CUEILLERON	Chimie
BRACONNIER	Calcul différentiel et intégral
EYRAUD Charles	Chimie-Physique appliquée
SARAZIN	Physique nucléaire
BOIDIN	Microbiologie et Mycologie
PERES	Physiologie
MESNARD	Electronique
GRANDMONTAGNE	Physique
BOUTILLIER	Minéralogie
LAFOUCRIERE	Physique nucléaire théorique
DREUX	Chimie organique
TEICHNER	Chimie industrielle



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41552601_0001

MM. PAVANS de CECCATTY	Zoologie
MERLIN	Chimie analytique
DUFAY Maurice	Physique de l'atmosphère
PHILBERT	Physique nucléaire
COHEN-ADAD	Chimie
DAVID Louis	Géologie générale
CHANEL	Psychophysiologie
MAURY	Méthodes mathématiques de la physique
DEPRAZ	Physique nucléaire
GAUTHIER Jean	Chimie
GAUME	Physique Expérimentale
UZAN	Physique
LEGAY	Biologie animale
LAFORGUE	Physique
GERMAIN	Chimie
CHENEVOY	Géologie appliquée
BIGAY	Astronomie

Professeurs sans chaire

MM. FERON	Mathématiques
GINET	Zoologie
ASCH	Physique
MICHEL Pierre	Minéralogie
Melle. MAITROT	Physique
MM. GEVIN	Géologie générale
PONASSE	Mathématiques
d'INCAN	Physique C. S. U.
LEFEBVRE	Mathématiques
PERNET	Mathématiques
CHERY	Physique
BERGEON	Physique C. S. U.
Melle. GAUTHERON	Chimie biologique
MM. DESCOTES	Chimie organique
ERBEIA	Physique
Mme. ERICSON	Physique générale
MM. LEMOIGNE	Botanique
MARTEL	Mécanique
MATHIEU	Mécanique des fluides
MICHEL Georges	Biochimie
PICARD Philippe	Mathématiques
LEBRETON	Biologie végétale
TOUSSET	Chimie propédeutique

Maîtres de Conférences

MM. DEMARCO	Géologie générale
DAVID Jean	Biologie animale
FEUVRAIS	Physique-Electricité
SCHMITT	Physique C. P. E. M.
LAURENT	Chimie organique
ROT	Mathématiques
BETHOUX	Mathématiques T. M. P.
Melle. CALAIS	Mathématiques
M. GUSAKOW	Physique
Melle. THOMAS	Chimie minérale
MM. AUBIN	Analyse numérique
BUCHWALTER	Mathématiques
BOUZON	Mathématiques C. S. U.
COSNIER	Psychophysiologie
LAMOURE	Biologie végétale
PORTHAULT	Chimie C. S. U.
VALLET	Chimie macromoléculaire
HAUGAZEAU	Analyse numérique
ENAY	Géologie
BERTHET	Biologie Végétale C. P. E. M.
BRUN	Biologie animale
DELMAU	Physique
EL BAZ	Physique-Electricité
FONTANGES	Physiologie
HUET	Chimie C. P. E. M.

Maître de Conférences adjoint

M. PIERRON	Chimie
------------	--------

Conseiller Administratif

M. BURNET

Secrétaire Principal honoraire

M. ROUX

A LA MEMOIRE DE MES PARENTS
DE MA SOEUR

A MA FEMME

A MES ENFANTS

Cette étude a été effectuée au laboratoire de Minéralogie de la Faculté des Sciences de l'Université de Lyon.

Qu'il nous soit permis de remercier Monsieur le Doyen LONGCHAMBON, de nous avoir admis dans son laboratoire pour mener à bien ce travail, et de nous avoir fait l'honneur de présider le Jury de Thèse.

Que Monsieur le Professeur BOUTILLIER trouve ici l'expression de notre profonde reconnaissance pour la sympathie et l'intérêt qu'il nous a témoignés en nous guidant de ses conseils éclairés.

Nos remerciements vont également à Monsieur P. MICHEL Professeur de cristallographie qui nous a donné de nombreux conseils très utiles.

Nous tenons également à exprimer notre gratitude à Monsieur le Professeur FEUVRAIS qui a bien voulu accepter de faire partie de notre Jury.

Nous sommes également reconnaissant à Madame PERRIN Maître Assistant qui s'est chargée des essais de diffraction X et à Monsieur CARTERON Technicien qui nous a apporté son aide dans la préparation d'expériences dont certaines ont exigé de sa part des montages originaux.

Nous remercions en outre toutes les autres personnes ayant contribué à des titres divers à nous aider pour mener à bonne fin ce travail.

Pour de nombreux alliages de fonderie, ayant une importance industrielle on constate des variations de caractéristiques mécaniques, charge de rupture, allongement, qu'il y a lieu d'attribuer le plus souvent à des facteurs physiques divers, parmi lesquels les conditions locales de refroidissement dans un domaine thermique étroit contenant la température de solidification (ou l'intervalle de températures).

Ces facteurs interviennent par l'intermédiaire des textures qui y sont extrêmement sensibles, textures dont on connaît le retentissement sur les propriétés mécaniques.

L'intérêt pratique d'une connaissance plus complète des phénomènes qui déterminent les qualités d'usage des pièces et éprouvettes d'essai (incertitudes qui peuvent mettre en cause la validité des méthodes de contrôle) nous ont amenés à entreprendre des études qui en découlent.

Nous avons cherché à rester dans les conditions suffisamment proches des conditions industrielles pour que les résultats de notre étude soient transposables au cas

pratiques, tout en éliminant les causes d'incertitudes, résultant de la présence d'impuretés, d'hétérogénéités physiques et chimiques, ainsi que des formes souvent compliquées des moulages qui peuvent entraîner dans une même pièce la juxtaposition de parties dont la solidification s'est faite de façons tout à fait différentes. Planche I - 1 et 2.

De nombreux chercheurs parmi lesquels PORTEVIN (1) en 1907 et plus récemment CHALMERS (2) et ses collaborateurs M. RUDDLE (3) BISHOP & PEILINI (4) et (5 à 19) ont étudié les phénomènes de solidification notamment par enregistrement des courbes de refroidissement et par examens micrographiques.

Notre étude nous a semblé néanmoins utile parce que relative à des conditions de refroidissement différentes de celles qui ont été mises en jeu par la plupart des chercheurs.

LA SOLIDIFICATION RAPIDE
DIRIGEE PAR UN REFROIDISSEUR

Le passage lent des métaux purs et des alliages de l'état liquide à l'état cristallin a été très étudié à l'occasion de l'établissement des diagrammes d'état.

Il se fait par développement de cristaux fréquemment dendritiques, dont les directions de développement sont en général variables d'un cristal à l'autre, à partir de points singuliers dits germes.

L'apparition ou l'activité plus ou moins tardives des germes entraîne des retards variables du début de solidification. L'enregistrement de la température en fonction du temps, par couples thermoélectriques, implantés en divers points d'un creuset rempli de métal liquide, donne des courbes manifestant l'existence de phénomènes de surfusion suivis de solidification isotherme ou à température décroissante, suivant le cas, marquée par un palier horizontal ou incliné.

Il montre une grande uniformité de température aux divers points du liquide quand la température de solidification est atteinte en quelques points et la solidification amorcée.

Les enregistrements en divers points d'un creuset sont très analogues sinon superposables.

Les conditions sont tout à fait différentes quand le refroidissement est dirigé et assez rapide pour que la solidification se fasse à partir d'une surface frontière séparant solide et liquide à une vitesse déterminée par les possibilités d'évacuation de la chaleur de changement d'état.

Ces conditions de solidification rapide sont celles des métaux coulés en moules métalliques froids. Elles déterminent les textures locales ou générales des moulages et par là leur contrôle est décisif en ce qui concerne les propriétés mécaniques des pièces moulées dans ces conditions, propriétés qui sont d'une façon générale très supérieures à celles des moulages dont la solidification a été lente.

Nous avons étudié le processus de solidification rapide et dirigée dans les conditions de refroidissement qui nous ont paru susceptibles de définition aussi précises que possible.

Il nous a paru que c'était celles d'une surface de séparation solide-liquide voisine d'un plan horizontal et progressant dans la phase liquide dans la direction ascendante ; on peut espérer ainsi réduire au minimum les courants de convection, susceptibles au contraire de prendre une grande importance dans un liquide refroidi dans ses parties hautes.

A cet effet, au moins dans la plupart des essais, le moule a été une cavité creusée dans un réfractaire bon calorifuge et pourvue d'un fond plan et horizontal en graphite susceptible d'évacuer rapidement la chaleur apportée par le liquide, puis par le solide en contact avec le fond.

LE PROCESSUS DE SOLIDIFICATION DIRIGEE :
ASPECT THERMIQUE

La répartition spatiale des températures et leur évolution avec le temps au cours de la solidification ont été étudiées principalement par enregistrement en fonction du temps des différences de potentiel fournies par des couples thermoélectriques implantés diversement par rapport au refroidisseur.

Des couples placés en différents points d'une section horizontale sont atteints par la surface de séparation solide-liquide à des instants voisins et ceci pour une section éloignée du fond refroidisseur, comme pour une section proche.

Au contraire des couples implantés sur une même verticale et à distances croissantes du fond-refroidisseur sont atteints successivement par la surface de séparation.

A priori on pouvait espérer que la courbe enregistrée manifesterait par une singularité le franchissement par le couple immobile de la surface de séparation solide-liquide qui monte dans le creuset calorifugé à partir du fond plan, constitué par le refroidisseur. Cette surface, confondue avec celle du refroidisseur tout au début de la solidification, reste certainement voisine pendant un certain temps d'un plan parallèle au fond. Ensuite il est possible qu'elle se déforme du fait de pertes calorifiques à travers les parois latérales et aussi d'irrégularités de vitesse de croissance entre les cristaux partant du fond et qui se développent à peu près parallèlement, ce qui conduit à une texture colonnaire.

Quelle que soit la courbure que pourrait prendre la surface de séparation et même dans l'éventualité de son remplacement par une tranche d'épaisseur sensible où coexisteraient liquide et solides, au cas d'un développement d'allure dendritique des cristaux, la montée de la surface, qui peut être continue ou faite de bonds rapprochés, réduit à une valeur très faible la durée pendant laquelle la température du couple pourrait être maintenue invariable, pour un métal pur, par coexistence de deux phases.

Cependant l'expérience montre tantôt l'existence de paliers ou quasi-paliers, pouvant être très longs, tantôt leur absence et leur remplacement par des singularités par-

fois réduites à un faible changement de direction.

Ces différences de forme, constatées pour un même métal solidifié dans des conditions apparemment analogues, dépendent avant tout de facteurs géométriques, notamment de la distance du couple au refroidisseur et aussi de l'efficacité de ce refroidisseur.

Il n'est donc pas douteux que les processus de solidification rapide sous l'action de surfaces refroidissantes efficaces pour l'évacuation de la chaleur de changement d'état sont tout différents des processus mettant en jeu l'apparition de germes au sein du liquide. Dans un cas les surfaces d'implantation des unités de croissance sont présentes sur tout un front mobile et la fixation définitive de ces unités, qui n'est possible que sur cette surface, est seulement sous la dépendance d'un transfert calorifique. Dans l'autre le phénomène de changement d'état est avant tout sous la dépendance de la naissance aléatoire des sites favorables, de leur nombre, de leurs distances, de leur concurrence éventuelle.

On pourra donc dans ce second cas observer des phases d'attente (surfusion) et des paliers de solidification résultant de la coexistence de deux phases dans de grands volumes et par là pendant une durée importante.

Dans le cas de la solidification rapide l'existence d'un pseudo-palier dépend d'autres causes et de ce fait on peut observer des paliers quasi-horizontaux, même pour un alliage dont la solidification se poursuit dans un domaine thermique étendu.

Ces pseudo-paliers se situent à des niveaux thermiques en relation complexe avec la température ou le domaine de températures de changement d'état et toujours au-dessus de la température de fin de solidification.

De ce fait le palier observé ne peut pas être attribué à un phénomène affectant le métal au contact du couple et il y a lieu d'en rechercher l'origine dans l'ensemble des effets thermiques aux divers points et aux divers instants.

Dans cette voie l'interprétation des courbes enregistrées a été facilitée par mise en jeu de l'idée suivante : il y a équivalence entre le phénomène réel d'écoulement calorifique vers le refroidisseur, seule issue par hypothèse, écoulement dont le débit variable est fonction du point observé et du temps et une superposition avec ajustement de deux débits virtuels.

a) d'un **flux** calorifique vers le refroidisseur qui aurait comme seule source les capacités calorifiques du solide et du liquide.

b) d'un flux ayant pour origine le dégagement de chaleur dû au changement d'état et dont la source est assimilable à une surface isotherme mobile séparant le liquide du solide.

Le flux thermique issu de cette source doit être considéré comme se répartissant entre les directions opposées, vers le refroidisseur dont la conduction calorifique conditionne le phénomène de solidification et aussi vers le métal encore liquide. Dans le solide les deux flux sont de même sens. Ils donnent un flux total accru par rapport à celui qu'on aurait sans le dégagement de chaleur par changement d'état et la diminution progressive de ce flux est plus lente. Dans le liquide les flux partiels sont de sens contraires. Une compensation est possible, partielle, éventuellement quasi-totale, aboutissant à un palier thermique, qui peut être suivant le cas, un palier incliné ou un palier quasi-horizontale et cela que la solidification soit isotherme ou qu'elle occupe une étendue appréciable dans le domaine thermique.

Toutefois il ne peut pas y avoir relèvement local de la température dans le liquide avant solidification (relèvement qui simulerait l'effet d'une surfusion) du moins dans l'hypothèse d'un front de solidification passage obligé pour l'évacuation de la chaleur.

Cette voie d'interprétation suggère l'image d'un phénomène bien connu, le blocage du débit d'un fleuve et le relèvement de son niveau amont par forte crue d'un affluent.

En dépit de différences profondes, inertie de l'eau, action de pesanteur et l'immobilité du point de rencontre du fleuve et de l'affluent, tandis que la surface de séparation du solide et du liquide source de chaleur se déplace, des similitudes apparaissent entre les deux phénomènes notamment dans le niveau thermique du pseudo-palier, d'autant plus élevé qu'on est loin du refroidisseur, dans sa longueur (sa durée) qui diminue quand la vitesse moyenne de refroidissement augmente.

A LA SOLIDIFICATION RAPIDE DIRIGEE

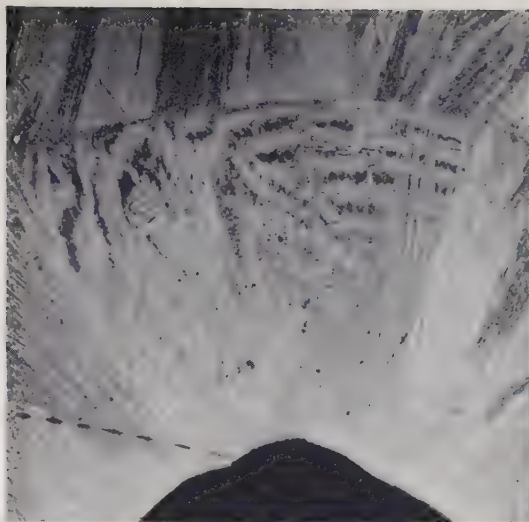
CORRESPOND UNE TEXTURE INTRACRISTALLINE

Les processus de solidification orientée conduisent d'une façon générale à des aspects macrographiques et micrographiques très remarquables. Il s'agit cependant de textures banales, juxtaposition de très grands cristaux colonnaires ayant leur origine à la surface du refroidisseur. Mais si la périodicité cristalline a finalement imposé sa loi simple à un petit nombre de volumes importants, elle a laissé subsister en chaque point de ces volumes des traces des événements locaux et incidents de croissance.

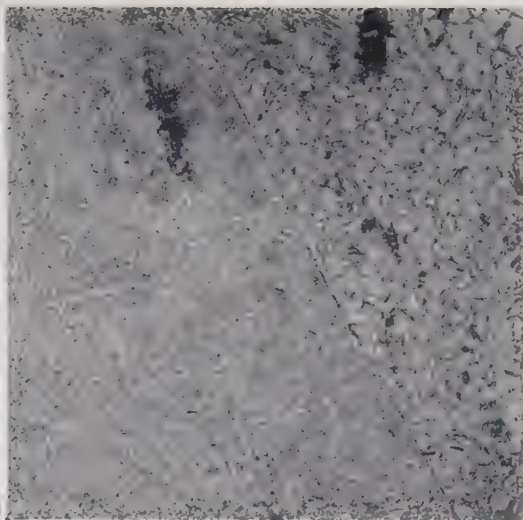
Les plus nettes de ces traces sont les localisations d'impuretés (présentes ou ajoutées intentionnellement) d'une très grande régularité d'implantation et de forme dans de grands volumes, pouvant atteindre le volume d'un cristal.

Elles marquent le plus souvent des points d'arrêt d'une croissance qui s'est faite par bonds successifs. Dans d'autres cas elles jalonnent des frontières, parfois de cristaux distincts, plus couramment la surface de contact de deux parties d'un même cristal, séparées seulement par une différence d'âge et que rien n'aurait distinguées sans ces localisations.

PLANCHE I



Micro 1 - Cu-AL 7 % - $\times 70$

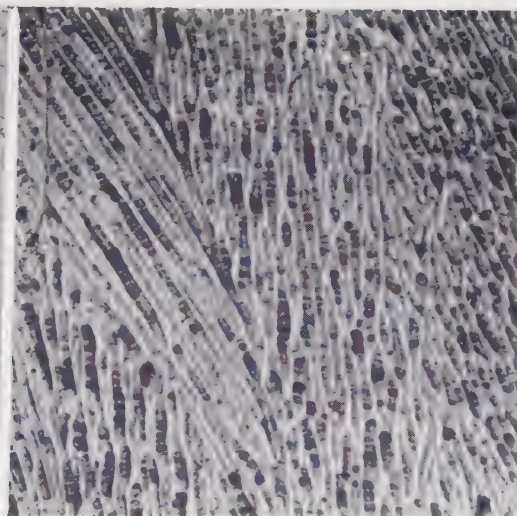


Micro 2 - AS 13 - $\times 70$

Changement brusque de texture aux points où une vitesse de refroidissement critique est franchie.



Micro 3 - AL-Ni 0,1 % - $\times 70$



Micro 4 - AL-Cu 0,1 % - $\times 40$

Cristal unique. Les lignes noires, qui se résolvent aux forts grossissements en chapelets de taches, correspondent à des rencontres entre parties d'âges différents.

Creuset conducteur, pied d'éprouvette, orientations diverses du gradient thermique.

D'une façon générale les localisations d'impuretés dessinent à l'intérieur du domaine de chaque cristal des arborescences dont l'orientation paraît être celle du gradient thermique et qui suggèrent une croissance par bonds réguliers suivant ce gradient.

Mais une même image peut avoir diverses origines et des processus différents sont compatibles avec les aspects observés localement, notamment celui d'une croissance par rangées quasi-parallèles au refroidisseur.

L'ensemble des faits expérimentaux permet de limiter le champ des hypothèses et d'expliquer l'essentiel des caractéristiques micrographiques des lingots obtenus par solidification rapide dirigée.

Ces caractéristiques, comme on vient de le dire, sont avant tout intracristallines et témoins de l'histoire locale du phénomène de changement d'état.

Ce que montre l'examen micrographique, ce ne sont pas des objets, ayant des frontières définies, mais des variations locales de concentration de certains ions, variations sans doute assez faibles et certainement continues, affectant des domaines dont l'étendue peut être exagérée par l'attaque micrographique et la forme plus ou moins modifiée (aux forts grossissements les aires colorées se résolvent en taches plus petites juxtaposées, souvent chapelets de piqures).

(planches I- 3 et 4)

La périodicité cristalline a imposé son ordre à la matière. Mais au cours de l'implantation suivant cette loi d'unités de croissance une sélection a pu se faire dans la matière, marquant ainsi de façon définitive une frontière très temporaire.

Quelle peut être localement la forme de cette frontière dont les positions successives ont laissé des traces définitives ?

Celle de marches ayant la direction générale d'une rangée dense et dont la hauteur et la profondeur doivent dépendre de l'écart de température par rapport à la température de changement d'état, pour que l'implantation de l'unité de croissance soit définitive, et des conditions d'évacuation de l'énergie mise en jeu par cette implantation, c'est-à-dire des caractéristiques thermiques et de la forme du support, qui a été solidifié antérieurement dans des conditions très analogues.

Une quasi-périodicité peut ainsi apparaître, du seul fait de la quasi-constance du processus de mise en place, pour les localisations liées à ce processus, mais sans relation précise, si ce n'est d'orientation générale, avec la périodicité cristalline.

Cette périodicité pourra être au contraire sensible aux conditions locales d'évacuation de la chaleur, en particulier à la direction du gradient thermique, à la forme

générale et locale des surfaces isothermes et particulièrement à celle de la surface de séparation liquide-solide.

Ces possibilités diverses seront confrontées plus loin avec les résultats de l'étude micrographique.

D'où peut venir, du point de vue de la pratique industrielle, l'intérêt essentiel de ces observations et des relations qu'elles peuvent mettre en évidence entre conditions de solidification et texture intracristalline ? Des liens entre aspect micrographique et propriétés mécaniques.

Pour les moulages d'alliages légers, comme pour les éprouvettes de contrôle coulées en même temps que les pièces, les ruptures intracristallines correspondent aux meilleures caractéristiques mécaniques et notamment à de bons allongements.

Il n'est pas douteux que ces caractéristiques sont étroitement liées aux défauts, à leur implantation, à leur densité, à leur orientation, à leur nature.

Faute de moyen commode de voir certains d'entre eux, les défauts géométriques notamment, on peut compter pour les déceler sur leur association très probable aux ions étrangers, donc aux localisations mises en évidence par attaque chimique.

Toutefois les propriétés mécaniques sont normalement étudiées à l'échelle des éprouvettes d'essai et non à l'échelle au moins cent fois plus petite de la texture intracristalline.

Une miniaturisation des moyens d'essais mécaniques serait donc nécessaire pour assurer une liaison sûre entre texture et propriétés mécaniques.

Cette étude n'a pas été abordée.

CHAPITRE I

L E S E S S A I S

Les essais ont comporté essentiellement :

- la coulée de lingots et l'étude des conditions locales de solidification dirigée ;
- l'étude macrographique et l'étude micrographique des lingots ;
- des essais complémentaires, soit pour préciser une "carte thermique", soit pour vérifier le caractère intracristallin des textures observées.

CONDITIONS DE REFROIDISSEMENT

Les essais ont été nombreux et divers. Ils ont pour la plupart mis en jeu un creuset tronconique

- soit reposant sur sa grande base constituée par un bloc de graphite refroidisseur;
- soit au contraire reposant par sa petite base sur le même bloc, la section de contact étant alors plus de cinq fois plus faible. (fig.1)

La conicité du lingot, faisant varier l'aire de la surface de séparation liquide solide et par là la quantité de chaleur mise en jeu par la solidification pour une vitesse donnée de déplacement de cette surface, est de nature à compliquer un peu l'interprétation des résultats expérimentaux.

Elle présente toutefois le grand avantage de conduire à une variation de grande amplitude des facteurs essentiels du processus de solidification et par là à une exploration plus complète de l'influence de ces facteurs au cours d'un nombre limité d'expériences.

Quand le lingot repose sur son refroidisseur par sa grande base (70 mm de diamètre), la vitesse moyenne de refroidissement subit une variation réduite au minimum entre le début et la fin de la solidification. Les masses sont comparables, à épaisseurs égales, pour le métal à refroidir et pour le refroidisseur, qui s'échauffe donc vite dès le contact ; le refroidissement n'est donc pas très rapide dans la phase initiale, mais sa vitesse tend à se maintenir du fait de la réduction progressive de la section du métal, donc de la diminution de la quantité de chaleur de changement d'état à évacuer.

Quand le lingot repose sur le refroidisseur par sa petite base (30mm de diamètre), la vitesse de refroidissement est au contraire grande au début de la solidification (masse prépondérante du refroidisseur comparée à celle d'une même épaisseur de métal en contact, le refroidisseur ne s'échauffe que lentement). Elle diminue vite du fait de l'augmentation de la section de métal à refroidir et de celle du parcours du

flux thermique, tandis que l'effet du rapport des masses tend à s'estomper.

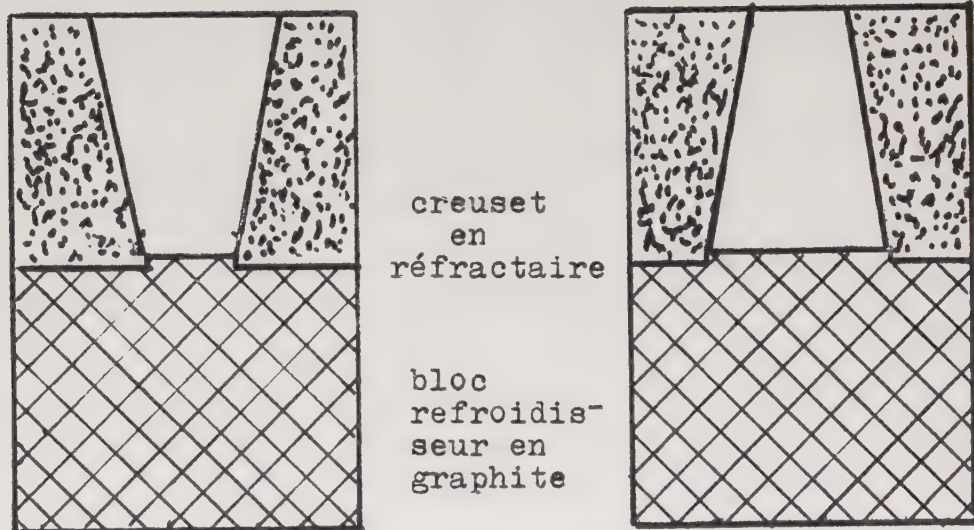


Fig 1

Vitesse initiale de
refroidissement grande

Vitesse finale de refroi-
dissement très faible.

Vitesse initiale de
refroidissement modérée

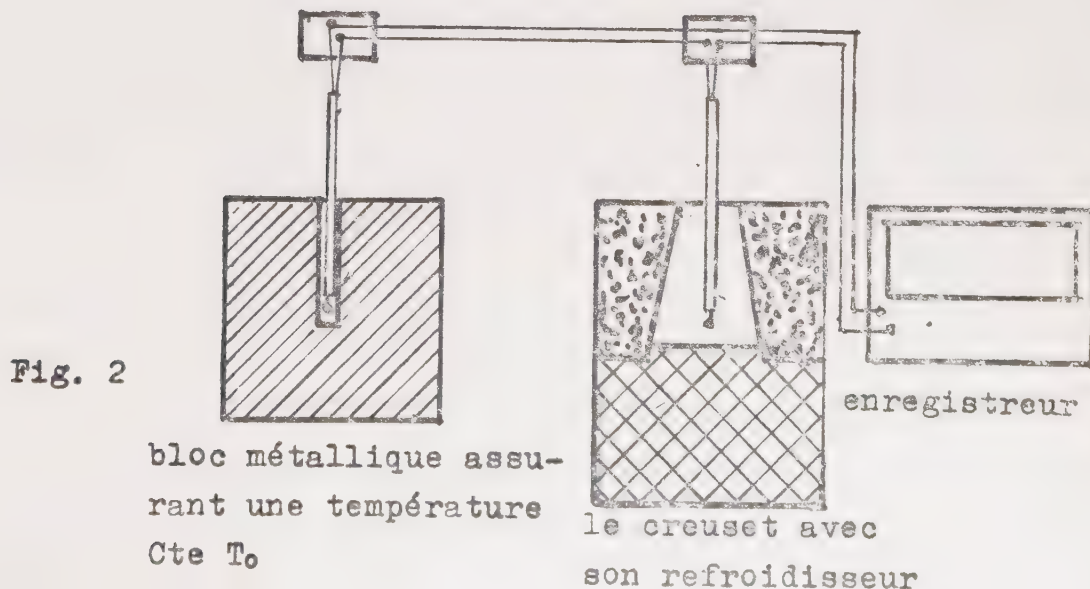
Vitesse finale de refroi-
dissement assez grande
bien que plus faible.

ESSAIS D'ENREGISTREMENT

Une première série d'essais a eu pour but d'enregistrer la loi de variation en fonction du temps de la température à une distance du refroidisseur définie et de confronter les courbes obtenues pour les valeurs diverses de cette distance ou, à une même distance, avec des refroidisseurs d'efficacité différentes.

Pour obtenir la sensibilité convenable on a mis en jeu une méthode différentielle. A chaque couple est associé en opposition un couple placé dans un bloc métallique bon conducteur de la chaleur et porté à une température aussi voisine que possible de la température présumée de solidification. Chaque différentiel indique ainsi l'écart à chaque instant, entre une température-repère, constante et connue, et la température dans le métal au point où le couple est implanté.

Le montage adopté est conforme au schéma ci-contre (Fig. 2).



Les fils (diamètre 0,2mm) du couple Chromel-Alumel sont protégés par une perle (diamètre 1,8mm) en alumine frittée, percée de deux trous (diamètre 0,5mm) permettant le passage des fils, la soudure du couple non protégée étant en contact direct avec le métal en fusion.

Les galvanomètres ont une période propre de 0,6" suffisamment courte pour ne pas introduire par retard des altérations de pente et de courbure dans les enregistrements. On a utilisé avec couples Chromel-Alumel les sensibilités 2mv ou 5 mv, permettant d'explorer un domaine thermique de 50 à 125° C dans lequel on loge au mieux par décalage convenable du zéro de l'appareil enregistreur la température fixe du couple en opposition avec le couple donnant la température locale du métal en cours de refroidissement et les températures présumées correspondre à des phénomènes intéressants.

Le métal fondu est coulé à température nettement supérieure à sa température de solidification commençante (les hétérogénéités thermiques pouvant résulter de l'écoulement du métal contre les parois froides ont ainsi plus de temps pour s'estomper) et les couples, dont les positions relatives sont définies par le dispositif expérimental, y sont immergés. La différence de température entre couples immergés et couples mis en opposition, importante initialement, rejette les

spots hors du domaine de lecture. Ils y reviennent au cours du refroidissement les uns après les autres, entraînant les dispositifs "suiveurs de spot" des appareils d'enregistrement, jusqu'au moment où ils sortent du domaine thermique correspondant à la sensibilité choisie.

Pour que les enregistrements comportent l'ensemble des singularités intéressantes, ainsi que des arcs de courbes suffisamment longs dans des régions dépourvues de singularités (avant et après) pour que la vitesse moyenne de refroidissement y puisse être appréciée, un réglage des limites du domaine thermique exploré est nécessaire et tout particulièrement de la température commune des couples mis en opposition. C'est là une difficulté qui a conduit à une proportion élevée d'enregistrements limités par l'amont ou par l'aval et de ce fait souvent inutilisables.

La durée du phénomène de solidification, variable avec le refroidisseur utilisé, est de l'ordre de la minute. La durée de l'enregistrement est plus grande, étant accrue par la température élevée du métal à la coulée. Il en résulte des enregistrements dont l'étendue (vu la vitesse de déroulement du papier nécessaire à la mise en évidence de certains changements de pente des courbes) est de l'ordre de plusieurs mètres.

On est donc conduit pour présenter les résultats à des reproductions à l'échelle réduite.

SINGULARITES DES ENREGISTREMENTS

La singularité la plus remarquable est l'existence sur la plupart des courbes enregistrées, température en fonction du temps, d'un pseudo-palier de température lentement décroissante encadré en amont par une loi à allure exponentielle de refroidissement du métal liquide, en aval par la loi analogue de refroidissement du métal solidifié.

La sortie du pseudo-palier comporte un point de changement d'orientation de la courbe, point que nous n'avons pas trouvé sur les courbes enregistrées en cas de solidification lente avec germination, donnant lieu, du moins avec des métaux purs, à un véritable palier qui coïncide avec la température de solidification.

La longueur du pseudo-palier est variable.

Elle peut être nulle dans certains cas: les parties de la courbe relatives au refroidissement du liquide et au refroidissement du solide se raccordent alors l'une à l'autre en un point singulier qui n'a pas pu être distingué du point ci-dessus.

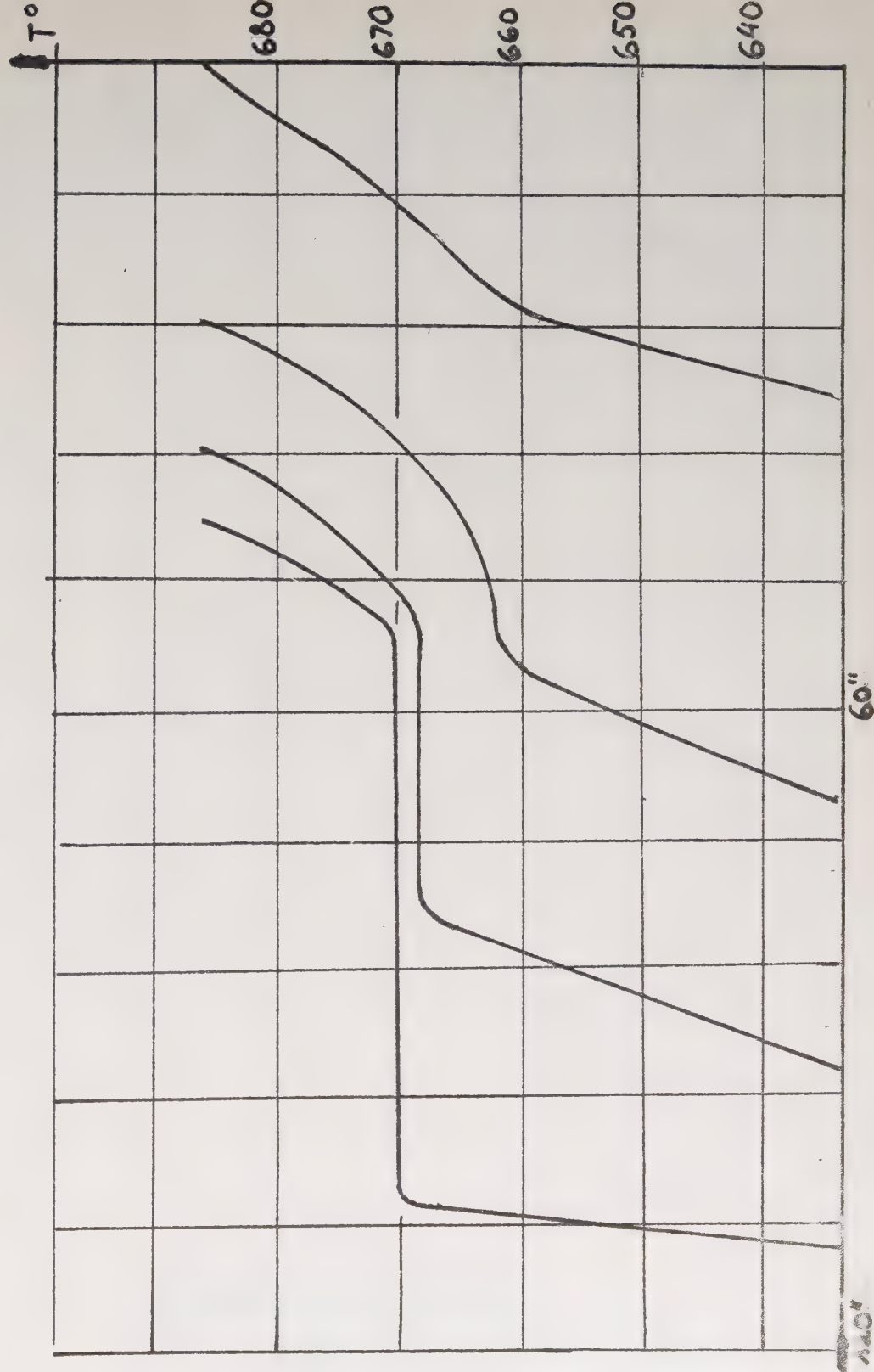
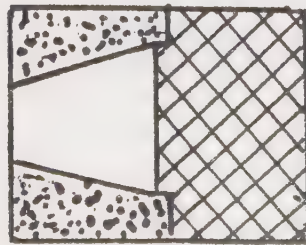
Les courbes I montrent , à l'échelle des temps réduite, les enregistrements fournis par des couples à 1 cm, 3 cm, 5 cm et 7 cm d'un refroidisseur dont la section de contact a un diamètre de 7 cm.

ALUMINIUM PUR

Couples à 1 cm
3 cm
5 cm
7 cm
du refroidisseur

Quand le pseudo-palier existe son niveau thermique et sa longueur croissent avec la distance au refroidisseur.

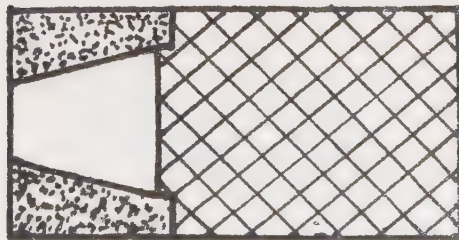
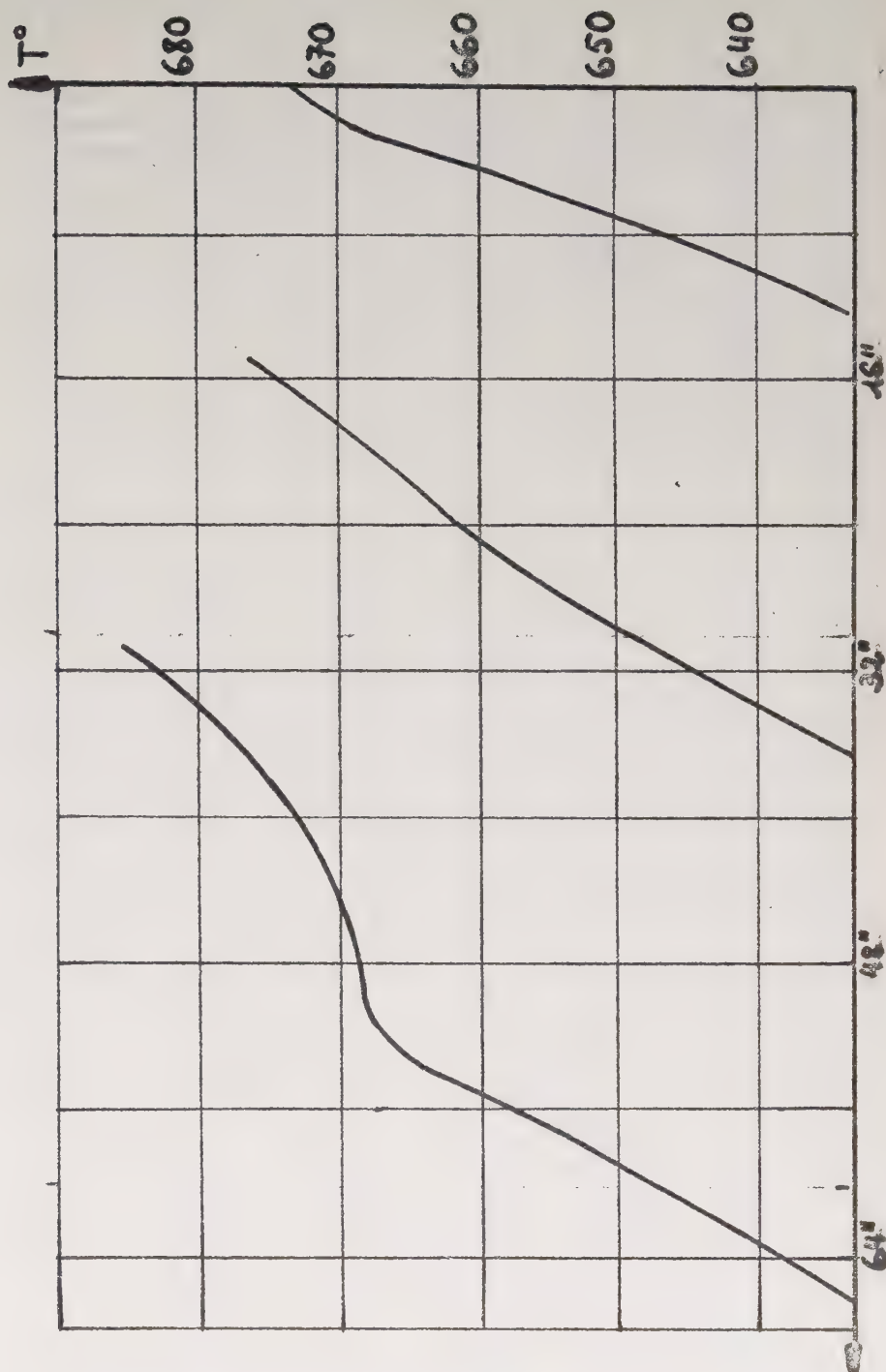
Les débuts de palier coïncident presque dans le temps pour les divers couples



ALUMINIUM PUR

Réduction des pseudo-paliers par augmentation de la
vitesse moyenne de refroidissement.

Couples à 1 cm
3 cm
5 cm
du refroidisseur

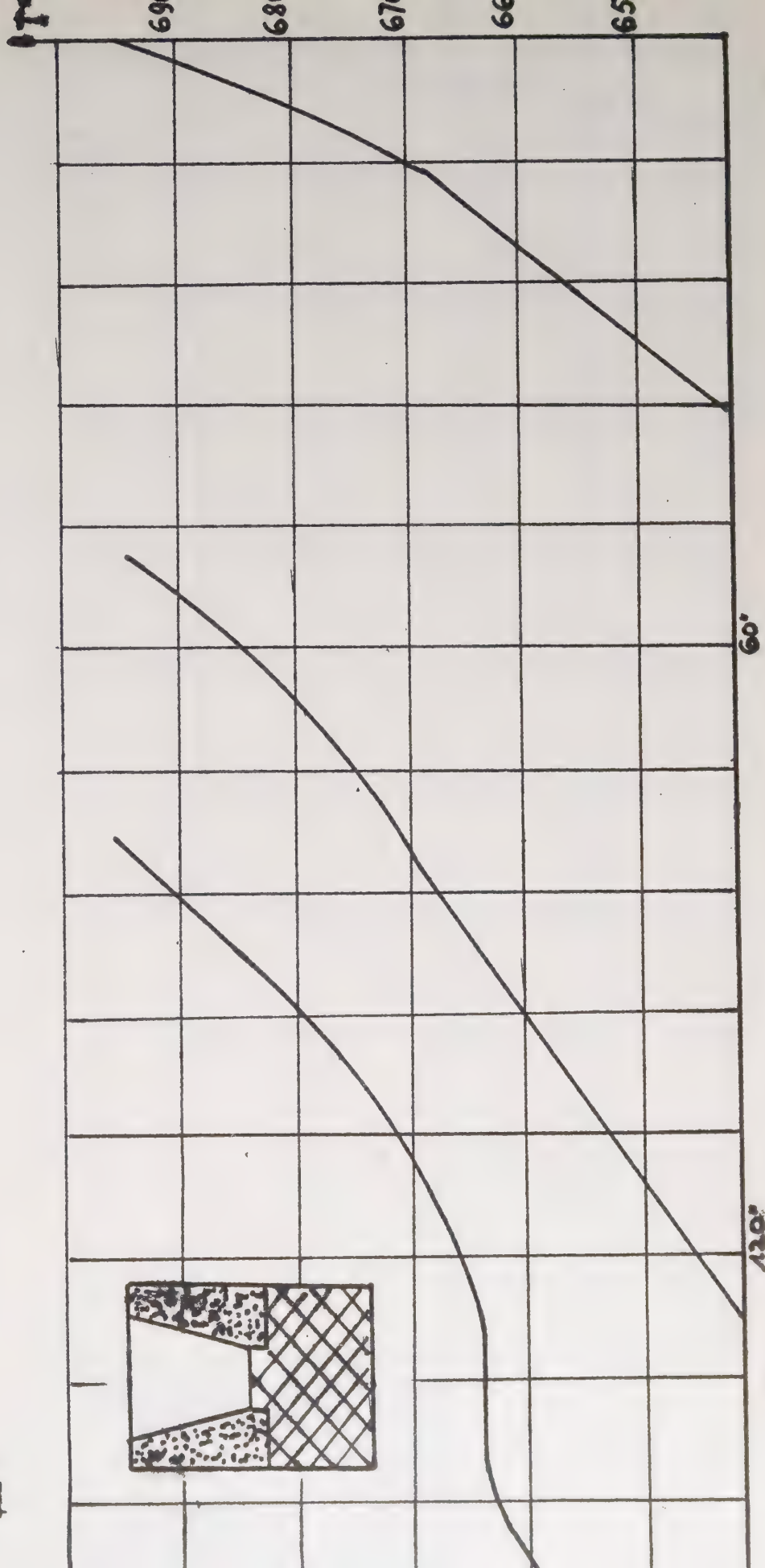


ALUMINIUM PUR

Couples à 1 cm
3 cm
5 cm
du Refroidisseur

La capacité calorifique du métal encore liquide au-dessus d'un couple est relativement grande.

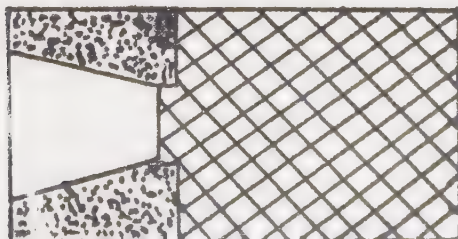
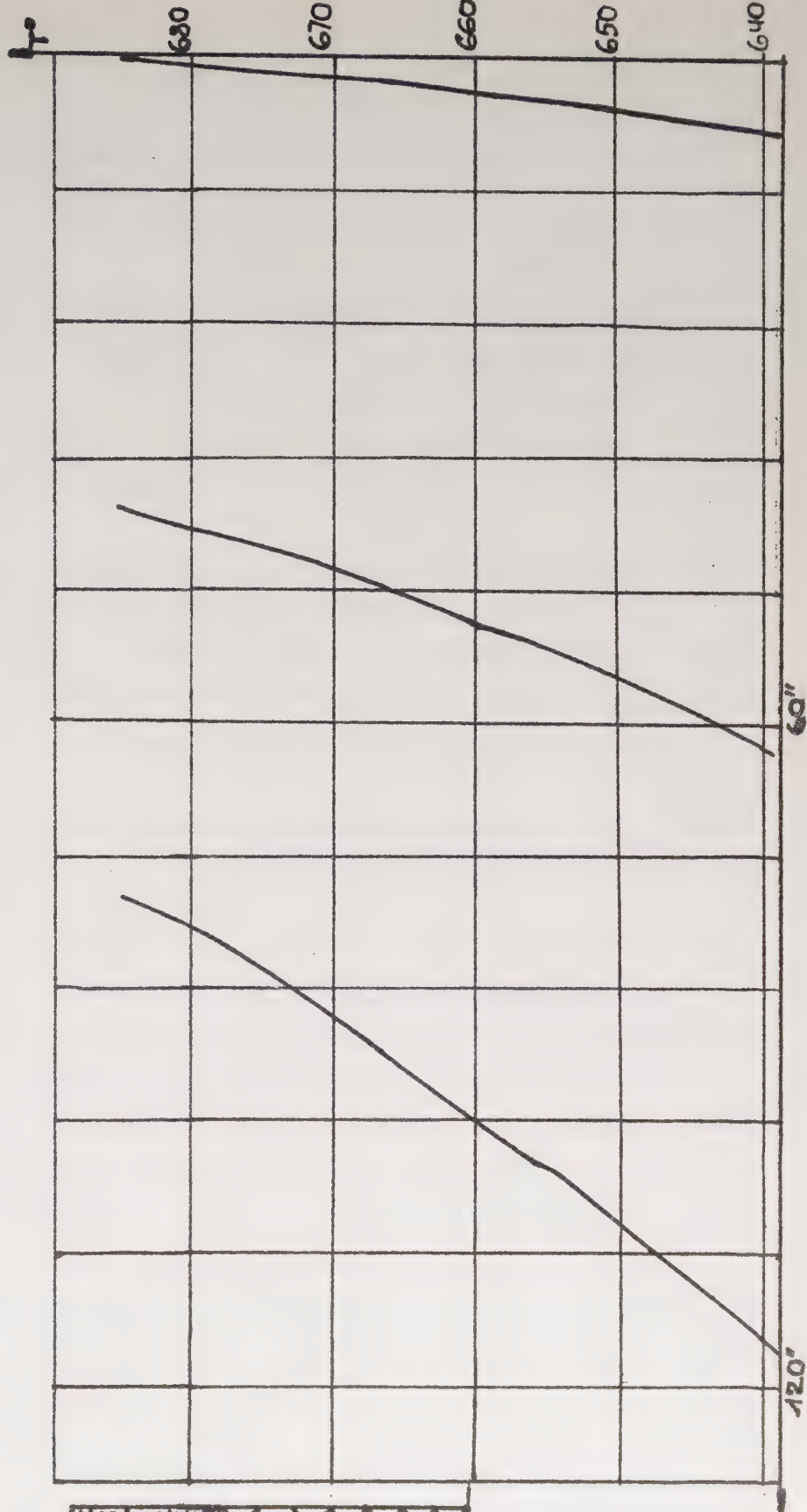
III



7

ALUMINIUM PUR

Couples à 1 cm
3 cm
5 cm
du refroidisseur



Les courbes II montrent les enregistrements fournis par trois couples à 1 cm, 3 cm, 5 cm d'un refroidisseur différent, qui a la même section de contact, mais une masse presque double et par conséquent qui s'échauffe beaucoup moins.

Les courbes III et IV montrent dans les mêmes conditions de présentation des courbes analogues, obtenues respectivement avec les mêmes refroidisseurs, mais la section de contact avec le métal est celle de la petite base du lingot tronconique (diamètre 3 cm)

Les cotes des couples sont encore 1 cm, 3 cm, 5 cm, 7 cm avec le refroidisseur de plus faible masse, 1 cm, 3 cm, 5 cm, avec l'autre.

Sur les courbes I la courbe donnée par le couple le plus proche du refroidisseur ne comporte pas de palier. La proximité du refroidisseur entraîne des vitesses de refroidissement grandes dans le liquide comme dans le solide (valeurs moyennes, assez loin du palier de l'ordre $1,2^{\circ}/\text{sec}$ et $1,34^{\circ}/\text{sec}$ respectivement).

Le pseudo-palier apparaît sur la courbe donnée par le couple implanté à 3 cm du refroidisseur. Les vitesses moyennes de refroidissement dans le liquide et le solide sont plus différentes.

A 5 cm du refroidisseur le pseudo-palier est plus long et plus haut dans l'échelle des températures que celui de la courbe précédente.

La quatrième courbe, fournie par le couple implanté à 7 cm, montre un pseudo-palier très long et encore plus haut dans l'échelle des températures. On voit aussi que le refroidissement est accéléré par la proximité de la surface libre.

Les courbes II confrontées avec les courbes I montrent que l'augmentation des vitesses de refroidissement par augmentation de la masse du refroidisseur supprime le pseudo-palier ou le raccourcit.

Les courbes III montrent qu'il n'y a pas de pseudo-palier pour les courbes fournies par les deux couples les plus proches du refroidisseur (refroidisseur de plus faible masse et contact par la petite base du lingot). Il apparaît seulement à distance plus grande, avec une longueur très modérée.

Les vitesses de refroidissement sont plus grandes en moyenne pour le couple bas qu'avec contact refroidisseur-métal par la grande base du lingot, plus faibles en moyenne pour les couples plus éloignés.

On voit enfin sur les courbes IV que même la courbe fournie par le couple à 5 cm du refroidisseur est dépourvue de pseudo-palier quand ce refroidisseur est celui de plus grande

masse, la surface de contact étant encore la petite base du lingot.

On constate que les points singuliers, en tête de la partie de courbe relative au refroidissement du solide, se trouvent très sensiblement à une même température (et cela quel que soit le refroidisseur) qu'ils suivent le pseudo-palier quand il existe, palier dont le niveau le plus bas se situe toujours au-dessus de la température de solidification du métal étudié (les impuretés existantes ou introduites pour rendre plus significatifs les renseignements tirés de l'examen micrographique peuvent entraîner une étendue de 2° C pour le domaine thermique de solidification et l'abaissement de la température de début de solidification).

Il semble donc que le point singulier marque l'arrivée au niveau du couple de la surface de séparation du solide et du liquide .

Aucune observation ne contredit cette hypothèse.

Toutefois la précision des mesures de température est insuffisante pour lever toute incertitude à ce sujet.

Le niveau thermique d'un pseudo-palier, sa longueur variable en relation avec la position du couple et le type de refroidisseur, la progressivité de son raccordement avec la partie relative au refroidissement du liquide, s'op-

posent aux caractères bien connus des paliers résultants des changements d'état. Ils viennent du caractère quasi unidirectionnel du processus de solidification au contact d'un refroidisseur, seule voie d'évacuation pour la chaleur de changement d'état et de la chaleur sensible.

Ce caractère unidirectionnel fait que la surface mobile séparant le solide du liquide est aussi une barrière thermique à température constante limitant inférieurement la température du liquide, donc séparant une région à gradient thermique élevé (la partie solidifiée) d'une région à gradient thermique faible (le métal encore liquide).

CHAPITRE II

INTERPRETATION DES RESULTATS

Les dispositifs utilisés et les conditions d'essais mettent en jeu de nombreux facteurs secondaires souvent mal définis et dont l'action perturbatrice ne peut être souvent éliminé que par répétitions des essais.

Les résultats retenus finalement correspondent à des conditions moyennes, à une schématisation de l'appareillage et de l'essai.

C'est le schéma choisi qu'il faut d'abord préciser notamment les hypothèses simplificatrices, soit nécessaires, soit seulement utiles, mais dont l'abandon n'apporterait aucune amélioration sensible dans l'interprétation des résultats d'essais.

Nous avons admis que l'homogénéité thermique est obtenue peu après la coulée et avant tout début de solidification (sauf peut-être tout près du refroidisseur où l'existence d'un gradient thermique sensible quasi-normal à ce refroidisseur paraît inévitable).

Nous avons supposé l'action perturbatrice des couples très localisée et dans l'ensemble négligeable, l'action des parois latérales calorifugées très faible et pour tous les phénomènes observables de symétrie de révolution.

Les surfaces isothermes pouvaient donc être en forme de dôme ou au contraire de cuvette, mais nous avons admis qu'elles ont toujours eu une région axiale quasi-plane et horizontale, d'étendue assez grande pour que l'implantation d'un couple soit définie par sa cote.

La surface libre du métal est une cause de refroidissement qu'on ne peut pas ignorer. Toutefois son action paraît limitée à moins de deux centimètres à la partie supérieure des lingots.

Dans le cadre de ces hypothèses simplificatrices et assez loin des parois latérales ou de la surface libre les données qui pourraient permettre en principe de dresser une carte thermique et d'en suivre l'évolution avec le temps sont les suivantes : au cours de la solidification le longot comporte une partie inférieure solide et une partie supérieure encore liquide séparées par une quasi-surface presque plane et horizontale (parallèle au refroidisseur) comme d'ailleurs toutes les surfaces isothermes.

Cette surface de séparation de cote x , fonction croissante du temps, est le siège du dégagement de chaleur de changement d'état

$$dq = \frac{q_0 \partial x}{\partial t} dt$$

par unité d'aire (q_0 étant la chaleur de changement d'état de l'unité de volume).

Dans les deux parties le gradient thermique est quasi vertical (du moins pas trop loin de l'axe).

Les conditions aux limites sont ;

- pour le liquide une température fixe T_0 , température de solidification du métal pur, à la surface mobile de séparation du liquide et du solide, et des pertes thermiques faibles, négligées en première approximation, à la surface libre ;
- pour le solide, T_0 aussi à la surface de séparation du liquide et du solide et l'apport de chaleur dq par unité d'aire de cette surface, et T_2 au contact du refroidisseur, T_2 étant fonction croissante du temps t , sauf durée très longue de la solidification, auquel cas T_2 pourrait passer par un maximum et décroître ensuite.

En principe T_2 pourrait être enregistré en fonction du temps.

Toutefois l'hypothèse de l'uniformité des températures du refroidisseur et du lingot sur toute l'étendue de leur surface de contact ainsi que celle de l'équilibre de ces températures sont certainement inexactes surtout quand le contact se fait par la petite base du lingot (température plus basse sur tout le pourtour de l'aire de contact).

Les mesures sont rendues difficiles, incertaines et surtout l'évaluation du flux calorifique à travers la surface de contact.

Ce flux dépend de toutes les caractéristiques de cette surface, géométriques, physiques, ainsi que des dispositions éventuellement prises pour limiter l'échauffement du refroidisseur.

En fait de telles dispositions, notamment la plongée dans l'eau de la partie inférieure du bloc refroidisseur, se montrent d'efficacité très réduite: on y a renoncé après les premiers essais, faisant seulement appel à la capacité calorifique du bloc de graphite dont la masse joue alors un rôle essentiel, comme les enregistrements l'ont montré précédemment.

L'incertitude sur le flux thermique reçu par le refroidisseur compromet gravement toute tentative d'établissement d'une "carte thermique" par calcul, voie de toutes façons très difficile.

On est ainsi conduit à se limiter à un aspect qualitatif des phénomènes et pour leur interprétation à des approches successives confrontées avec les observations.

Parmi celle-ci il semble qu'il y ait lieu d'accorder une attention toute particulière à la très brusque apparition des pseudo-paliers et à leur grand allongement quand la chaleur de changement d'état mise en jeu avant l'arrivée au couple de la surface de séparation solide-liquide dépasse une valeur limite qui paraît être fonction décroissante de la vitesse de refroidissement.

Dans le cadre de l'hypothèse du refroidisseur seule voie d'évacuation de la chaleur le flux thermique dans le solide à trois origines :

- le refroidissement de ce solide :
- la chaleur de changement d'état issue de la surface de séparation mobile ;
- la chaleur fournie par le refroidissement du liquide qui doit traverser cette surface et s'ajoute donc à la chaleur de solidification.

Le flux fourni par le changement d'état est de beaucoup le plus important. Le flux fourni par le liquide est faible et va en diminuant (masse décroissante ainsi que la chute moyenne de la température).

Le flux provenant du solide est de grandeur intermédiaire et fonction de facteurs contraires (augmentation de la masse du solide, mais réduction de l'écart des températures du fait de l'échauffement du refroidisseur).

Si la source de chaleur par changement d'état, la plus importante, était seule, le solide se comporterait comme un mur de Fourier d'épaisseur croissante avec le temps, placé entre source à température invariable T_0 et refroidisseur à température croissante.

La température y varierait suivant une loi linéaire

de pente diminuant rapidement, le flux décroîtrait avec le temps, ce qui entraînerait une montée de la surface de séparation solide-liquide à vitesse décroissante.

L'addition des flux ayant les capacités calorifiques pour origine, avec ajustement des trois flux pour que leur résultante soit celle que la température du refroidisseur impose, ne peut modifier que très modérément les lois de variation de la température en un point du solide avec le temps et avec la distance de ce point au refroidisseur. Toutefois la montée de la surface de séparation du solide et du liquide s'en trouve ralentie.

Le liquide est initialement à température nettement plus élevée que la température de solidification et pour lui le refroidisseur est la surface mobile de séparation avec le solide, surface à température invariable. Loin de cette surface la loi de variation de la température avec le temps sera donc d'abord proche de celle d'un point à l'intérieur d'une plaque épaisse dont une face est amenée brusquement et maintenue à température invariable.

La conductivité thermique élevée du métal liquide fait prévoir une baisse rapide des températures dans le liquide jusqu'à des valeurs assez proches de la température invariable de la surface de séparation liquide-solide (notamment dans le cas d'un lingot reposant sur sa grande base), la chaleur

sensible à enlever au liquide est faible en effet, une petite fraction de la chaleur reçue par le solide de cette surface. Le rapprochement relativement lent de la surface de séparation mobile ne joue qu'un rôle secondaire dans la baisse générale des températures du liquide et la réduction de leur écart par rapport à la température de la surface de séparation : on constate en effet sur les enregistrements (courbes I notamment) que le passage du refroidissement rapide au pseudo-palier est brusque, d'autant plus brusque que le couple est plus éloigné du refroidisseur et que les entrées en pseudo-palier sont à peine décalées dans le temps.

Les pseudo-paliers paraissent donc avoir pour origine la conductivité élevée du métal amenant assez vite tout le liquide à des températures proches de la température de solidification. La chaleur sensible de ce liquide, correspondant à son refroidissement jusqu'à la température de solidification, est ainsi réduite rapidement à une valeur très faible. Mais simultanément la réduction du gradient thermique entraîne celle de la chaleur évacuée à travers la surface de séparation solide-liquide. Un ajustement est alors possible aux niveaux supérieurs à niveau déterminé, entre chaleur évacuée au-dessous de ce niveau vers la surface mobile et chaleur reçue des niveaux supérieurs.

Dans nos expériences cet ajustement

a trouvé les conditions les plus favorables avec le creuset tronconique reposant sur sa grande base, l'uniformisation des températures dans le liquide étant dans ce cas beaucoup plus rapide. Toutefois cette uniformisation exige un temps appréciable. Une vitesse moyenne de refroidissement trop grande (refroidissement de grande masse) n'est pas favorable à l'apparition de pseudo-paliers.

CHAPITRE III

LES TEXTURES

Les textures des lingots obtenus par solidification relativement rapide au contact d'un refroidisseur ont un ensemble de caractères communs très remarquables.

Sont - elles significatives ?

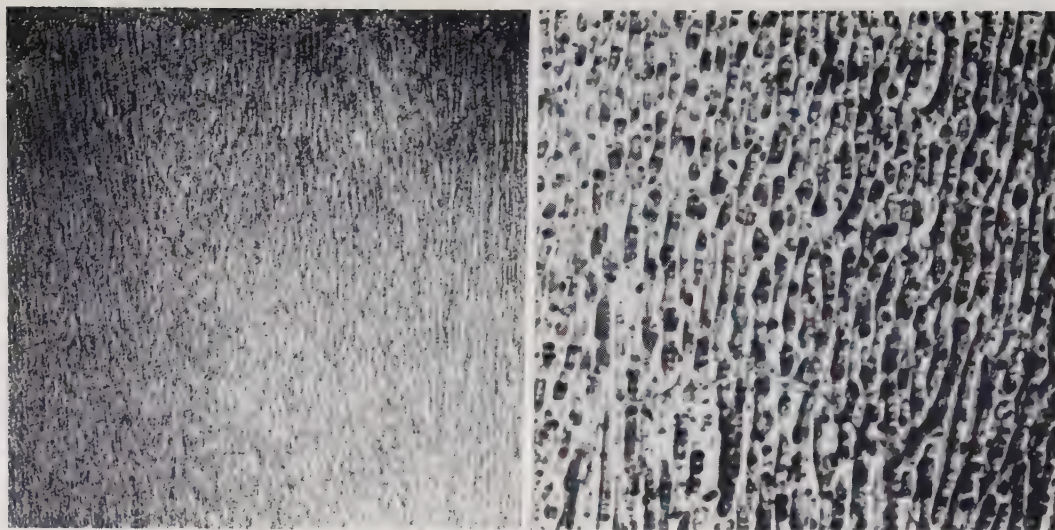
En ce qui concerne les conditions de refroidissement le dispositif expérimental conduit à l'exploration d'un champ assez vaste, de toutes façons limité du côté des faibles vitesses à celles pour lesquelles l'action du refroidisseur cesserait d'être dominante et laisserait place à des phénomènes locaux de germination.

Le champ d'étude a été plus limité en ce qui concerne les métaux, métaux presque purs, aluminium, étain, dopés d'une impureté de nature à mettre en évidence des détails de texture.

Toutefois les différences observées, quand on passe d'un métal à un autre, ne sont pas telles qu'une confrontation de métaux divers s'impose. (Planche II - 7 et 8)

En revanche le choix de l'impureté introduite n'est pas sans importance.

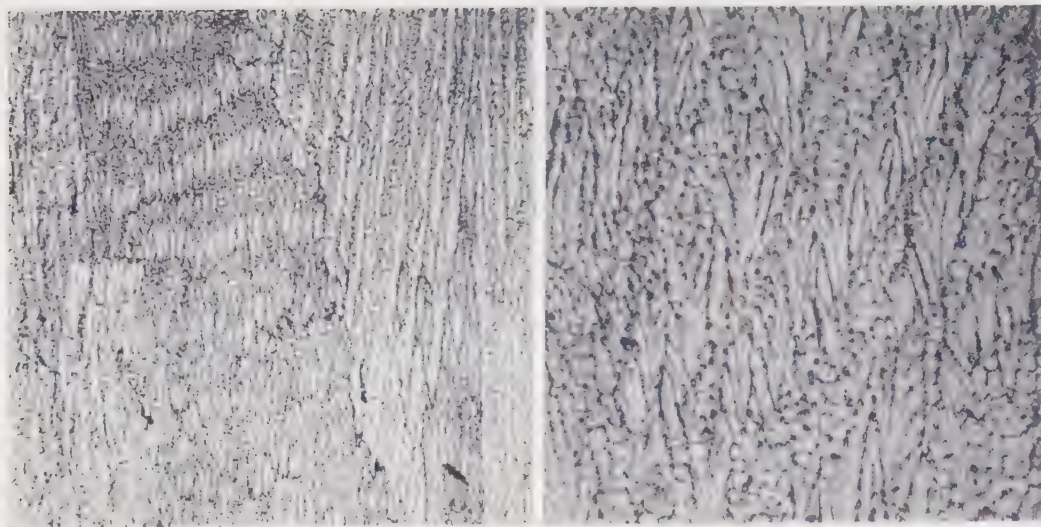
PLANCHE II



Micro 5 - AL-Cu 0,1 % - $\times 4$

Micro 6 - AL-Cu 0,1 % - $\times 40$

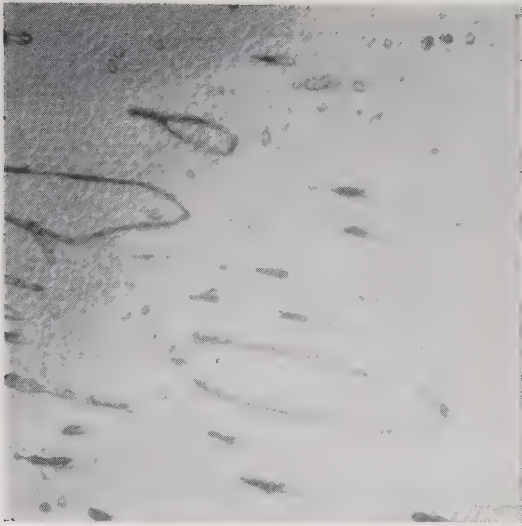
Localisations d'impuretés. Implantation régulière rappelant fréquemment les anneaux de croissance d'un bois. Aux forts grossissements division en chapelets de taches.



Micro 7 - Sn-Zn 0,2 % - $\times 16$

Micro 8 - Sn-Zn 0,2 % - $\times 40$

PLANCHE III



Micro 9 - AL-Ni 0,1 % - $\times 250$



10 - Scanning - $\times 170$

Localisations riches en nickel, mises en évidence par micrographie et par analyse à la micro-sonde, jalonnant les points de rencontre de parties d'un même cristal développées à des instants différents.

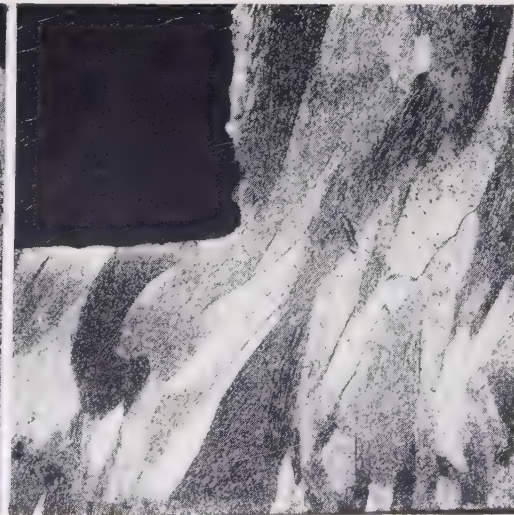


Micro 11 - AL-Cu 0,1 % - $\times 4$

Macrographies

La partie inférieure de la macrographie est la partie du lingot en contact avec le refroidisseur.

Disparition de la plupart des éléments cristallins au profit de quelques privilégiés.



Micro 12 - AL-Cu 0,1 % - $\times 4$

Influence du gradient thermique dans un angle.

Les impuretés solubles introduites en quantité inférieure aux limites de solubilité dans le liquide et dans le solide donnent lieu au cours du processus de solidification à des variations quasi-périodiques de concentration, mises en évidence par les réactifs d'attaque micrographique et dont l'implantation est de nature à donner des renseignements précieux sur ce processus.

Les impuretés quasi-insolubles à l'état solide ont tendance à être refoulées jusqu'aux frontières et par là à donner lieu à des ségrégations localisées sur les surfaces de rencontre des éléments solides en cours de développement, qu'il s'agisse de cristaux différents ou de deux rameaux d'un même cristal dendritique.

Les informations et les conclusions qu'on peut déduire de l'examen d'une coupe ne sont pas les mêmes dans les deux cas.

Le premier est celui du cuivre 0,01 % à 0,15 % d'atomes dans l'aluminium, le second est celui du nickel 0,01 à 0,15 % d'atomes toujours dans l'aluminium.
(Planche II 6 Planche III - 9 et 10).

LA TEXTURE A L'ECHELLE MACROGRAPHIQUE

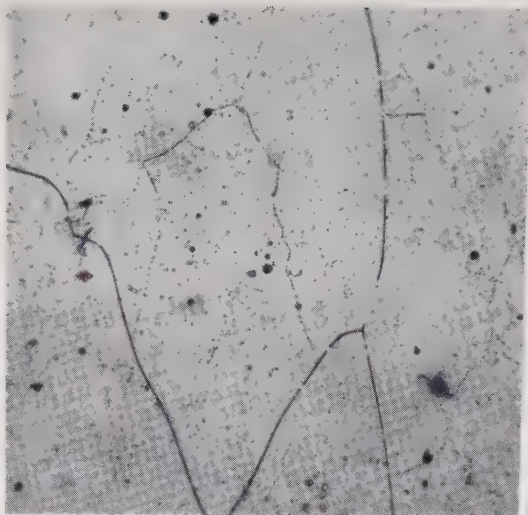
Un lingot tronconique de 10cm de hauteur et 7 cm de diamètre de grande base ne paraît formé que d'un petit nombre de cristaux colonnaires implantés sur le refroidisseur, soit directement, soit par l'intermédiaire d'une couche de quelques millimètres, apparemment différente. (Planche III - 11 et 12)

Certaines frontières, qui semblent séparer sur un plan d'examen des sections de cristaux distincts, peuvent fort bien ne séparer que des parties d'un même cristal, développées à des instants différents. Alors la ligne de rencontre jalonée par des impuretés ou des singularités géométriques est seulement un chapelet d'inclusions intracristallines. L'examen à l'échelle micrographique montre en effet que de telles lignes sont traversées sans déviation sensible par les alignements de figures de corrosion, voire par ces figures elles-mêmes. (Planche IV - 13, 14 et 15)

Constaterait-on une légère différence d'orientation, on pourrait l'interpréter comme conséquence de la présence de défauts divers, notamment de dislocations entraînant des courbures locales du milieu cristallin.

A mesure qu'on s'éloigne du refroidisseur, le nombre apparent des cristaux colonnaires rencontrés par une section horizontale diminue, certains de ces cristaux, devancés semble-t-il par leurs voisins, se terminent par une pyramide aiguë.

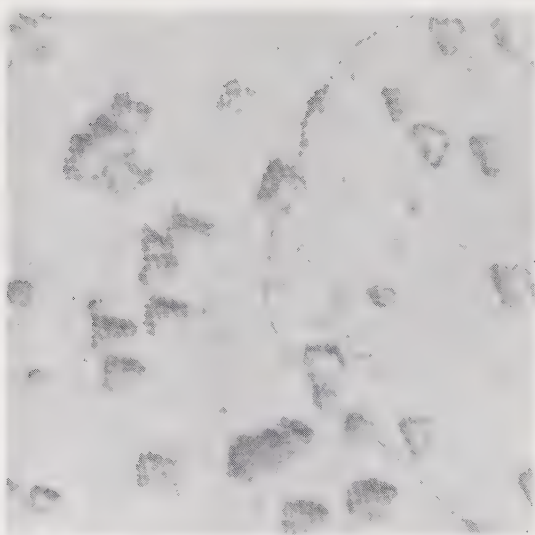
PLANCHE IV



Micro 13 - AL-Ni 0,1 % - $\times 220$



Micro 14 - AL-Ni 0,1 % - $\times 220$



Micro 15 - AL-Mg 2 % - $\times 500$

Figures de corrosion et surfaces de contact de parties d'un même cristal d'âges différents.

Il est vraisemblable que l'aspect particulier des premiers millimètres au voisinage du refroidisseur résulte du nombre relativement élevé des éléments cristallins nés au contact du refroidisseur, mais dont le développement s'arrête très rapidement au bénéfice de quelques voisins. (Planche III - 11 et 12)

Le refroidissement presque inévitable de la surface libre et même de la surface au contact durréfractaire, quand la vitesse moyenne de refroidissement est très faible (très loin du refroidisseur), entraîne une déformation des surfaces isothermes et par là des modification d'orientation dans les processus de solidification.

Ces effets sont particulièrement importants dans la zone intéressée par la retassure.

L'existence locale des phénomènes de germination devançant l'arrivée de la surface de séparation solide-liquide est aussi une éventualité qu'on ne peut pas écarter, notamment avec le refroidisseur de petite section.

A L'ECHELLE MICROGRAPHIQUE : UNE TEXTURE INTRACRISTALLINE

A plus petite échelle, beaucoup plus petite que la plupart des cristaux, notamment quand des impuretés solubles sont présentes en proportions inférieures à la limite de solubilité à l'état solide (quelques dix millièmes de cuivre dans l'aluminium), l'attaque chimique montre un très grand nombre de localisations ayant aux grossissements de l'ordre de 50 l'aspect des hachures utilisées pour la représentation du relief sur les cartes de géographie.

Ces hachures, quasi-parallèles localement, se groupent fréquemment en rubans sinueux rappelant les anneaux de croissance du bois.

Aux forts grossissements ces localisations en général très allongées, se montrant dépourvues de formes et de limites définies. Il ne s'agit pas en effet d'objets, mais de colorations témoignant de la présence d'un facteur positif de corrosion par le réactif d'attaque micrographique.

La régularité de répartition de ces points d'attaque préférentielle suivant une loi doublement périodique ne peut s'expliquer que par un processus de solidification bien défini, facteur dominant de rassemblement et d'implantation des ions étrangers

HYPOTHESES SUR LE PROCESSUS DE SOLIDIFICATION

L'examen micrographique suggère immédiatement un processus simple : le déplacement de la surface séparant solide et liquide suivant le gradient de température par bonds successifs d'amplitude égale à la distance de deux anneaux.

A chaque translation une localisation préférentielle dans le liquide des impuretés qui abaissent le point de fusion (comme le cuivre dans l'aluminium) augmente la concentration en impuretés au voisinage de la limite atteinte.

Plus difficile à expliquer, la forme de batonnets alignés des localisations pourrait être due à une surface de solidification fortement indentée : forme par ailleurs favorable à l'évacuation de la chaleur de changement d'état et qu'on observe fréquemment dans d'autres transformations.

Diverses objections peuvent être opposées à cette hypothèse simple :

- la longueur des batonnets, variable d'une région à l'autre d'un lingot est parfois très grande, ce qui implique une progression de la surface de solidification à des vitesses incompatibles avec les conditions bien définies.

en chaque point et à chaque instant, d'évacuation de la chaleur par la seule voie du refroidisseur.

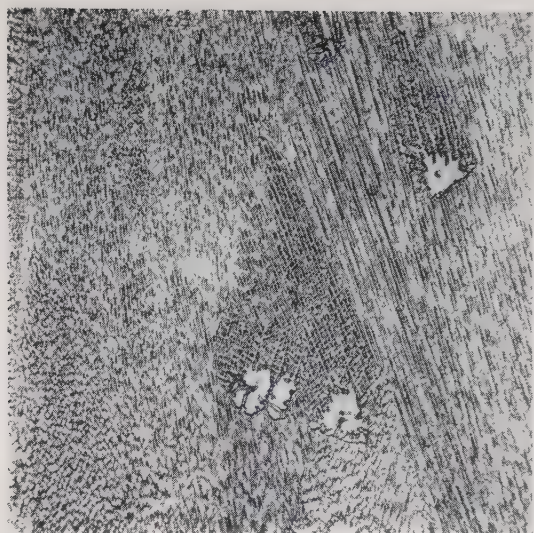
- la direction de propagation du phénomène de solidification vers des régions à température plus élevée est moins vraisemblable qu'une progression tangente à une surface isotherme, donc quasi-parallèle au refroidisseur.

- le grand allongement des localisations dans la direction du gradient de température et leur régularité d'espacement impliquent une forme compliquée et très bien définie de la surface de séparation solide liquide dont l'origine et le maintien sont inexplicables.

Des tentatives diverses de mise en évidence de la progression par bonds successifs de la surface de séparation du solide et du liquide ont toutes échoué, comme on le verra plus loin dans le chapitre consacré aux expériences complémentaires et à la discussion de leurs résultats.

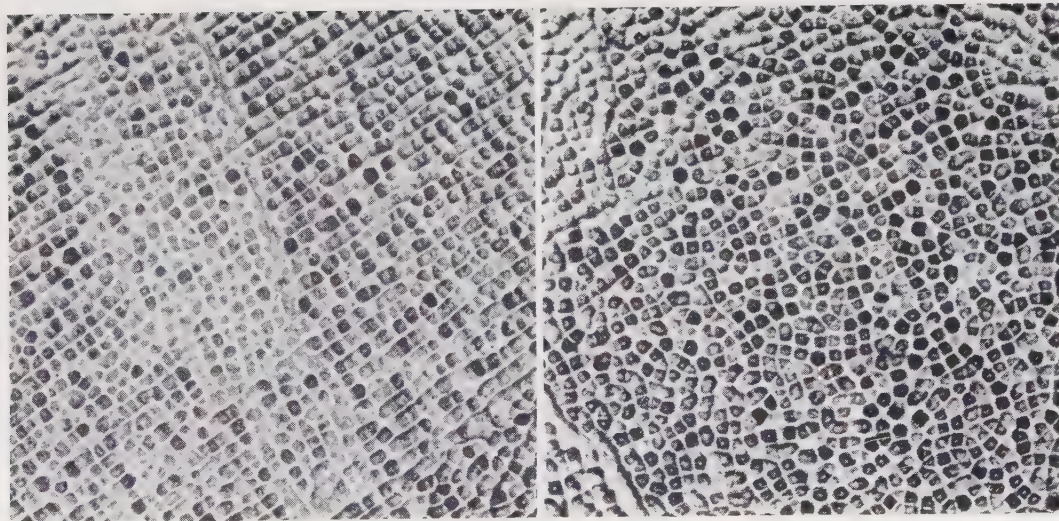
Cet échec pourrait résulter seulement de l'amplitude trop petite des bonds, donc de la petitesse du flux thermique fourni par la masse solidifiée de façon quasi-instantanée, de la fréquence de ces bonds trop élevée pour les appareils enregistreurs et surtout des déphasages séparant les arrivées à un couple des flux thermiques issus à un instant donné des divers points de la surface de solidification.

PLANCHE V



Micro 16 - AL-Cu 0,075 % - $\times 16$

Coupe normale au refroidisseur.
Aiguilles à section dendritique, approxi-
mativement parallèles au refroidisseur et
pouvant traverser le lingot, surmontées
d'un domaine d'influence en forme de
flamme.



Micro 17 - AL-Cu 0,075 % - $\times 70$

Micro 18 - AL-Cu 0,075 % - $\times 70$

Sections parallèles au refroidisseur. Mosaïques dans un monocristal avec ou sans
direction privilégiée apparente.

Il peut aussi être conséquence inévitable d'une solidification se faisant dans le détail par allongement de rangées quasi-parallèles au refroidisseur jusqu'à constitution d'un feuillet, dont la formation présente alors un caractère de continuité presque parfaite pour tout observateur placé à une certaine distance.

Or c'est justement là le processus de croissance qu'un examen plus complet des faits expérimentaux conduit à retenir, comme on va le voir.

En faveur d'une croissance par rangées approximativement parallèles au refroidisseur l'examen micrographique montre notamment l'existence de singularités quasi-linéaires ayant l'aspect d'aiguilles à peu près parallèles à la surface du refroidisseur et qui peuvent traverser le lingot de part en part (Planche V - 16)

L'orientation de telles singularités, d'une façon plus générale la présence d'alignements quasi-parallèles au refroidisseur (du moins dans les régions où les surfaces isothermes ne s'écartent pas trop de plans horizontaux) ne seraient pas compréhensibles en cas de croissance des éléments cristallins normale à la surface du refroidisseur.

C'est au contraire la conséquence quasi-nécessaire d'une croissance par rangées parallèles : la juxtaposition d'unités de croissance identiques entraîne répétition de toute singularité géométrique dans la direction de croissance, sans amortissement sensible jusqu'aux frontières du cristal.

Dans les directions perpendiculaires à la direction de croissance une singularité peut avoir une influence sur les rangées développées postérieurement.

C'est ce que montrent les micrographies (Planche V - 16) sous l'aspect très remarquable d'un domaine en forme de flamme surmontant chaque aiguille.

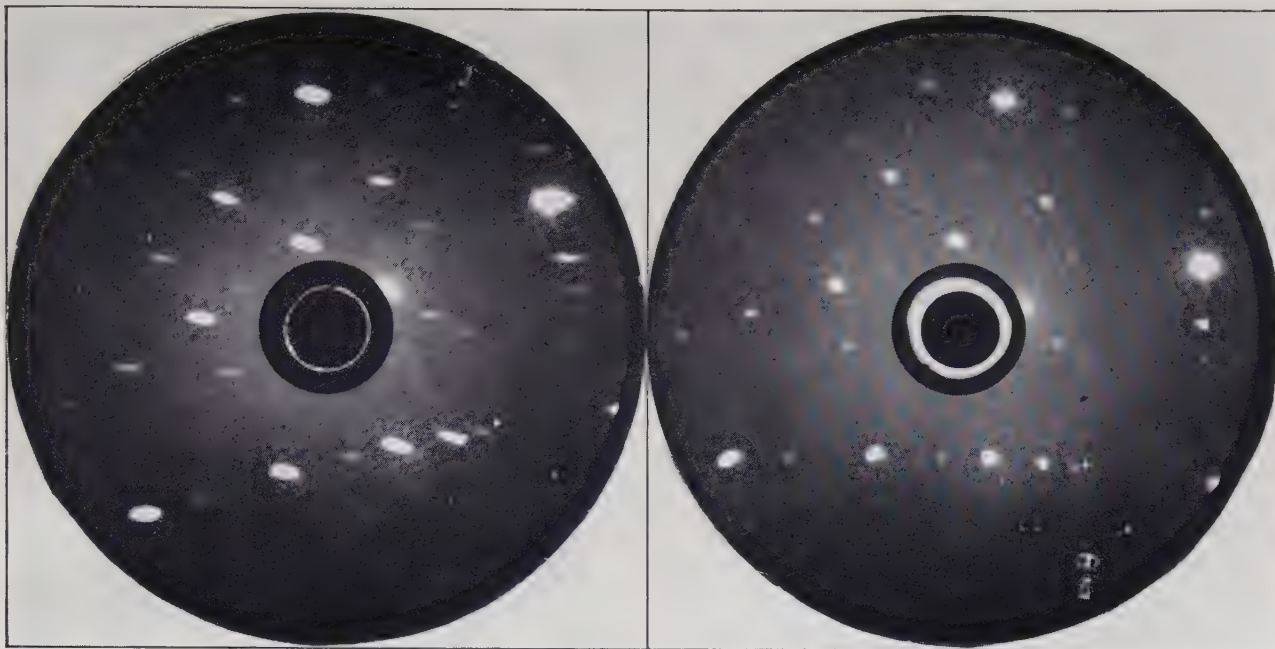
Une autre indication favorable à l'hypothèse de la croissance par rangées approximativement parallèles au refroidisseur découle de l'examen des radiogrammes de diffraction X destinés à confirmer le caractère monocristallin de domaines étendus.

Les radiogrammes, obtenus par réflexion en divers points de surfaces, les unes parallèles, les autres normales au refroidisseur, ont montré que les directions de plans réticulaires les plus proches du parallélisme au refroidisseur sont les plans (100) et (110) qui contiennent les rangées denses, diagonales de faces.

Il ne s'agit là toutefois que d'une présomption favorable, vu le nombre très limité des radiogrammes (Planches VI et VII).

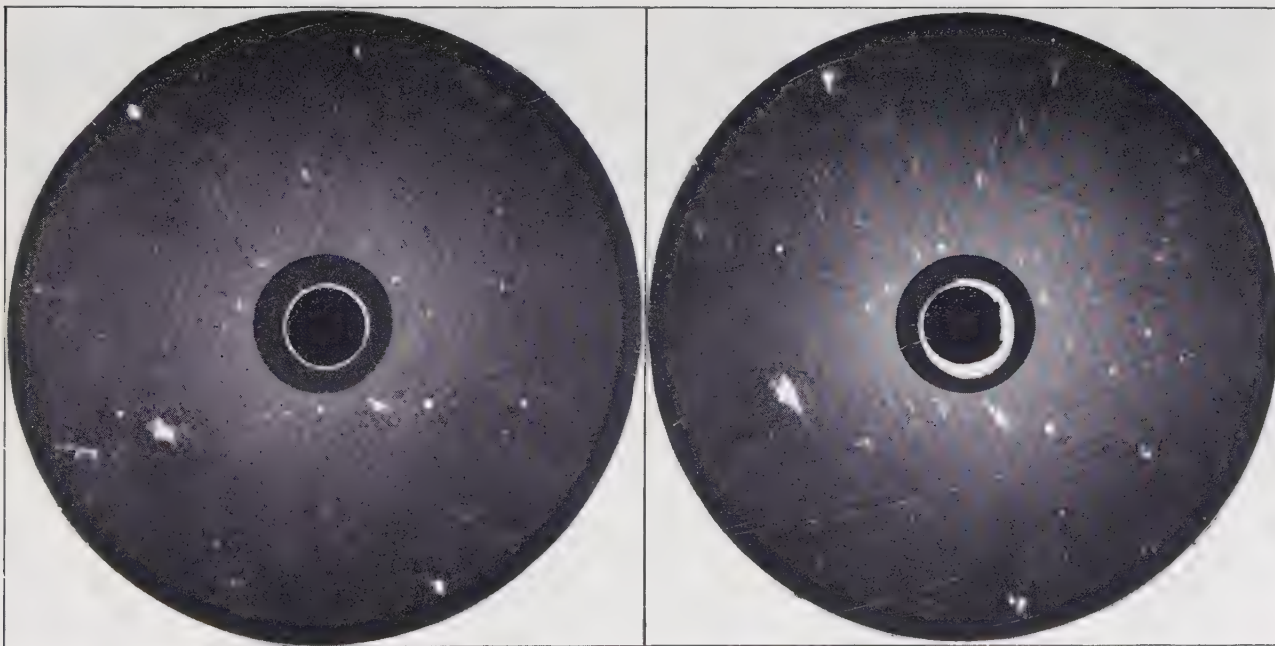
Une preuve plus décisive est l'interprétation des caractères très remarquables et très constants des locali-

PLANCHE VI



AL-Cu 0,075 %

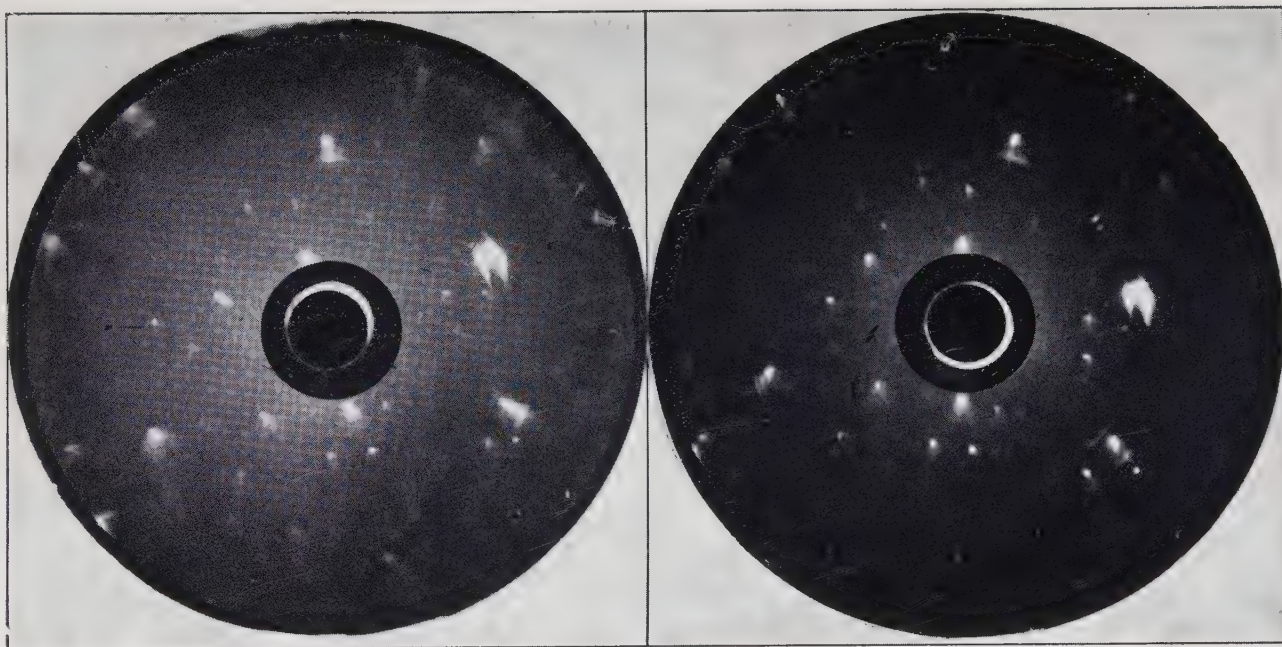
Radiogramme de Laüe en réflexion. Caractère monocristallin (déplacement 0,6 mm)
Coupe parallèle au refroidisseur.



AL-Cu 0,075 %

Radiogramme de Laüe. Coupe perpendiculaire au refroidisseur
(même cristal que la coupe horizontale)

PLANCHE VII



AL-Ni 0,1 %

Radiogramme de Laüe. Caractère monocristallin (déplacement 1 mm)
Coupe parallèle au refroidisseur.

sations : formes, dimensions, espacement, alignement.

La forme la plus fréquente est celle de batonnets de section quasi-prismatique. Elle est établie de façon indiscutable par les diverses coupes horizontales des lingots parallèles au refroidisseur, qui montrent le plus souvent un pavage mosaïque, très régulier à partir d'une certaine distance au refroidisseur.

Ces coupes mettent en outre en évidence deux caractères essentiels :

- 1° - l'implantation des localisations est très indépendante de la périodicité cristalline. Alors que le caractère monocristallin est confirmé dans des domaines étendus par les radiogrammes X (superposables en dépit de translations de l'échantillon de l'ordre du millimètre) la mosaïque des localisations dessine des courbes très diverses, souvent de court rayon, ne permettant presque jamais de découvrir une orientation probable des rangées dense de croissance.
- 2° - la quasi-constance d'espacement des batonnets, qui paraît impliquer, pour la formation d'une nouvelle couche solide quasi-parallèle au refroidis-

seur, la juxtaposition d'unités de croissance de volume peu variable et de base approximativement carrée.

Cette constance entraîne une quasi-constance d'espacement des batonnets sur les coupes normales au refroidisseur.

Il n'y a sans doute pas lieu d'attacher quelque importance à la grosseur des batonnets qui peut être réduite ou exagérée par limitation ou extension de l'action du réactif d'attaque micrographique.

Sur les coupes normales au refroidisseur la longueur des batonnets, très constante dans des domaines étendus d'un même cristal, semble au contraire assez variable d'un cristal à l'autre.

Exceptionnellement elle peut être très grande, proche de la longueur d'un cristal colonnaire qui peut elle-même atteindre la hauteur du lingot.

Il est donc vraisemblable que la longueur réelle des batonnets est grande, mais qu'elle apparaît limitée sur les coupes et déterminée par l'obliquité des batonnets par rapport à ces coupes et par leur grosseur.

Elle n'a donc rien de bien significatif.

Si la croissance s'est faite par couches parallèles aux surfaces isothermes (surface peu inclinées par rapport au refroidisseur, du moins assez loin des parois latérales du creuset), si ces couches résultent elles-même de la juxtaposition d'unités de croissance dont de très faibles variations de forme et dimensions de base suffisent à expliquer les courbes et dessins compliqués du pavage mosaïque (Planches V 17 et 18) la formation de batonnets allongés apparemment dans la direction du gradient thermique, normal aux couches, implique un alignement systématique des localisations implantées dans deux couches superposées.

Comment expliquer un tel alignement ?

Par la forme locale d'escalier de la surface de séparation solide-liquide, rendue possible et maintenue par la quasi-constance de forme et de volume des unités de croissance, forme d'escalier imposée aussi aux surfaces isothermes voisines, notamment dans le liquide .

Du fait de la bonne conductivité thermique et de la vitesse modérée du processus de solidification dans la direction du gradient thermique, l'alignement des marches est assuré, préparant, s'il y a lieu par un ajustement du volume des unités de croissance , l'alignement des points d'arrêt et de localisations d'étrangers.

Les conditions d'évacuation de la chaleur de changement d'état, localement très précises dans leur définition géométrique, sinon dans les valeurs numériques,

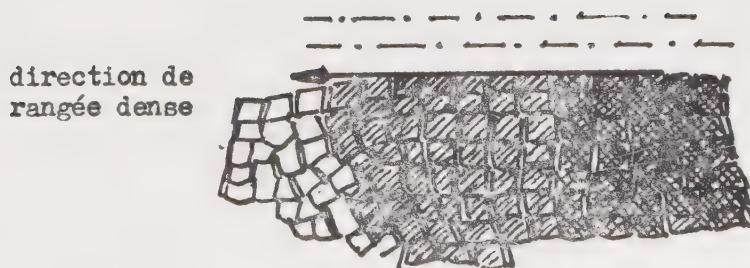
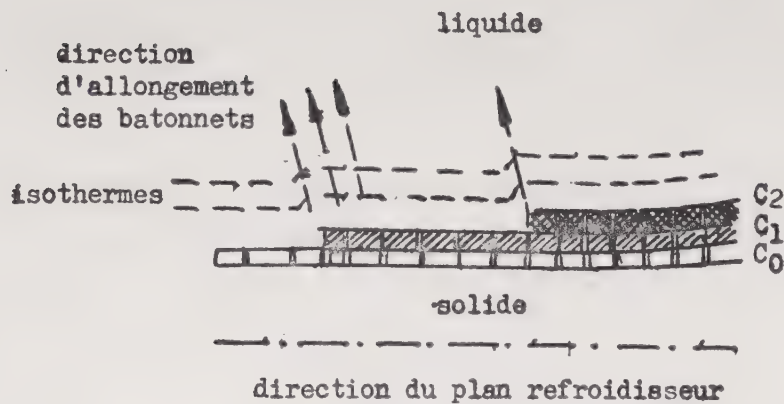


Fig. 3

qui sont fonctions lentement variables du point étudié et du temps, paraissent donc déterminer les textures intracristallines observées sur les coupes ou du moins en être les facteurs essentiels.

us the old
the first of
is the most

the
the

the

De grandes variations de la vitesse moyenne de refroidissement n'ont qu'un effet peu sensible, tant qu'il n'y a pas de germination.

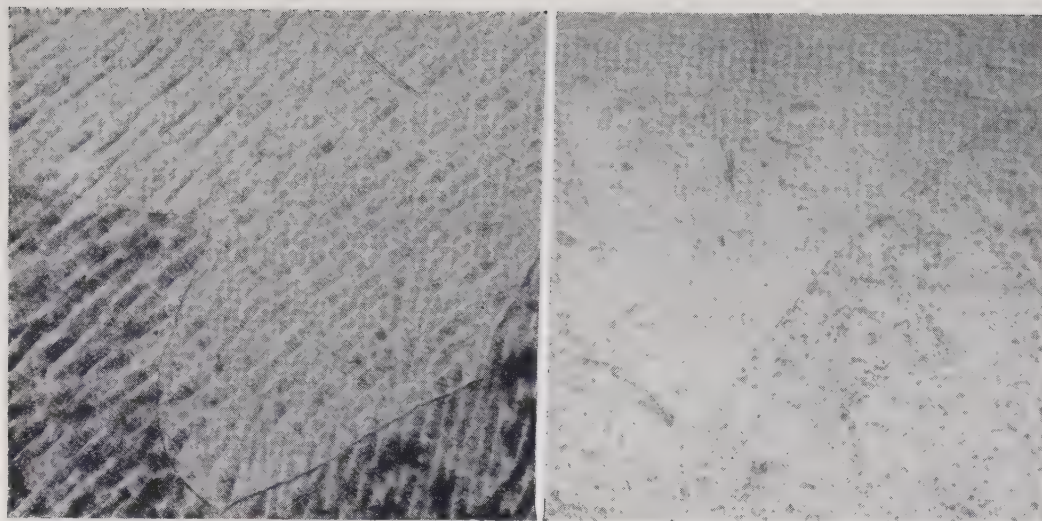
Au delà de quelques millimètres de distance du refroidisseur et jusqu'au voisinage de la retassure, de l'axe du lingot jusqu'au voisinage des parois latérales, les différences de texture intracristallines se limitent presque à de faibles variations d'orientation générale des batonnets, qui paraissent suivre d'assez près le gradient thermique local.

Comme on le verra dans les expériences complémentaires cette insensibilité relative à entraîné l'échec des tentatives de marquage du temps aux points d'un lingot atteints par la solidification.

Le ralentissement local du refroidissement et le retard local à la solidification, obtenus par un apport local de chaleur ne laissent pas plus de trace significative dans la texture intra-cristalline naissante à la surface de séparation solide-liquide que dans le solide déjà formé ou dans le liquide, où cette chaleur a le temps de diffuser avant l'arrivée de la surface de solidification.

Toutefois ce résultat négatif obtenu avec des métaux presque purs, aluminium, étain, ne peut sans doute pas être étendu à des alliages quelconques, sensibles dans leur texture ou la nature des phases en présence à la vitesse de refroidissement, notamment à des nombreux alliages biphasés.

PLANCHE VIII



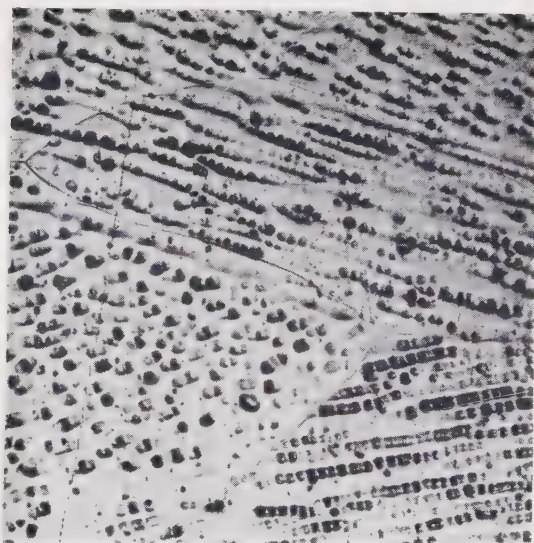
Micro 19 - AL-Cu 0,1 % - $\times 40$
Revenu 15' à 500°

Micro 20 - AL-Cu 0,1 % - $\times 40$
Revenu 20 h à 500°

Après 15' à 500°C l'action du revenu est peu sensible.

Après 20 h à 500°C les localisations ont disparu.

On ne voit plus que des figures de corrosion réparties uniformément.



Micro 21 - AL-Cu 0,1 % - $\times 40$

ACTION DU REVENU

La texture intracristalline due aux localisations d'impuretés montre une insensibilité remarquable à l'action du revenu.

Des lingots d'aluminium additionnés de 0,1 % d'atomes de cuivre ont été soumis à des revenus prolongés.

Après 15' à 500° C les modifications sont encore insignifiantes. Des revenus de 20 heures à 500° C sont nécessaires pour obtenir une disparition presque complète des localisations.

Cette insensibilité en fait des témoins très fidèles de la solidification (Planche VIII micros 19 et 20).

FORMES PARTICULIERES DES LOCALISATIONS

Il arrive assez fréquemment que les batonnets de localisations, au lieu d'apparaître assez uniformément répartis et régulièrement espacés sur l'aire d'une section à peu près normale à leur allongement, se groupent pour former des plaquettes.

Cette implantation particulière, qui peut être juxtaposée à un pavage régulier, comme le montrent les micros 4 et 21, paraît caractéristique de régions à éléments cristallins relativement petits et où le gradient thermique a eu des directions diverses au moment de la solidification. (Planche 1 et VIII)

C'est le cas notamment au voisinage du refroidisseur, quand la solidification s'y produit avant que les échanges thermiques aient pu uniformiser les températures entre filets liquides dont les conditions d'écoulement et de contact avec des surfaces froides ont été diverses. Il est probable que le plan d'une plaquette contient une rangée dense, mais les dimensions trop faibles des éléments cristallins dans ces régions en rendent la vérification difficile.

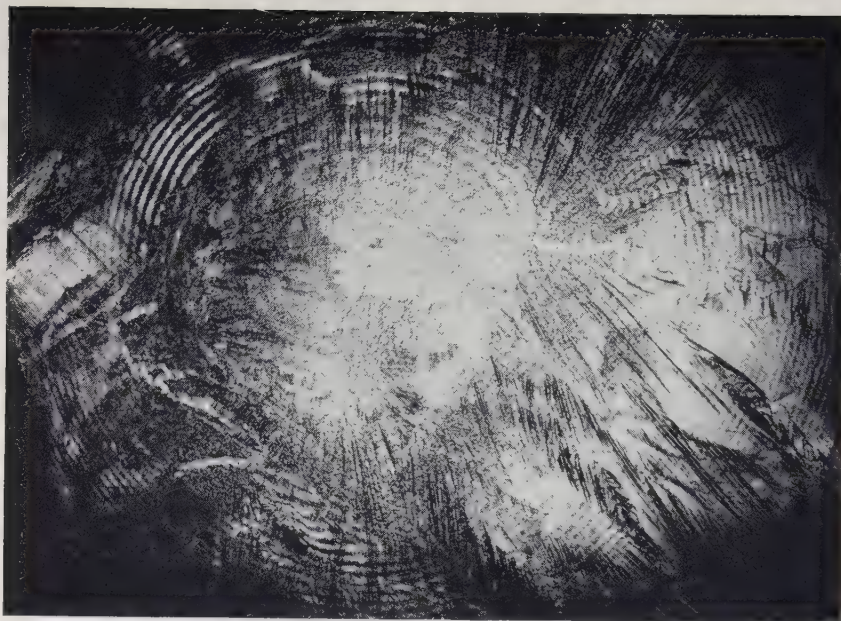
OBSERVATION DE SINGULARITES GEOMETRIQUES DANS LES LINGOTS

Bien que le champ d'étude ait été limité au processus de solidification dirigée et aux textures intracristallines mises en évidence par les localisations d'impuretés, l'examen micrographique des lingots a montré l'existence d'autres singularités ne paraissant liées directement ni à la nature du métal, ni à la présence d'impuretés, ni même aux conditions de refroidissement.

Elles ont été retrouvées en effet sur des échantillons de forme très différente et en particulier sur de larges gouttes, obtenues par écoulement de métal liquide sur une surface-refroidisseur plane et horizontale (Planche IX 22 23)

Il s'agit de lignes parallèles très fines, voisines d'arcs de circonférences concentriques, parfois de circonférences complètes, arcs pouvant être limités aux frontières d'un cristal, mais pouvant aussi traverser sans déviation une telle frontière.

L'espacement de ces lignes est le plus souvent régulier, mais il est fréquent que l'intervalle de deux lignes très apparentes soit subdivisé par des lignes beaucoup plus fines, parallèles, mais dont l'espacement est souvent moins régulier (cette irrégularité pouvant résulter de l'absence éventuellement locale, d'une ou plusieurs lignes).



Micro 22 - AL - $\times 4$

Surface à l'air libre d'une grosse goutte solidifiée
sur plaque froide.



Micro 23 - AL-Cu 0.075 % - $\times 4$

Retassure à surface restée brillante.

Un déplacement parallèle du plan d'examen par enlèvement d'une épaisseur de quelques dixièmes de millimètres modifie à peine les figures observées, montrant qu'il s'agit des sections de surfaces parallèles voisines de sphères ou d'ellipsoïdes quasi-concentriques.

Ces surfaces ne sont le siège d'aucune ségrégations ou localisation de caractère chimique.

Leur trace est visible, avant toute attaque, même sur la surface extérieure, quand cette surface extérieure est brillante, ce qui se produit fréquemment dans la retassure avec l'aluminium.

D'une façon générale le centre commun des lignes courbes paraît avoir été un point singulier au cours du refroidissement, soit plus froid (point de contact intime avec un refroidisseur, goutte froide) soit plus chaud (centre de la retassure).

L'absence de localisations d'impuretés conduit à penser que les figures sont postérieures à la solidification.

On est ainsi amené à chercher leur origine dans l'action d'un facteur physique susceptible de présenter des caractères analogues de distribution spatiale régulière ; telles des tensions conséquences de différences de températures

De telles différences locales sont justement réalisées soit autour d'un point chaud comme le dernier volume solidifié, soit autour d'un point froid (point de bon contact avec une surface refroidisseur, goutte froide).

Dans le cadre de cette hypothèse les surfaces singulières seraient des surfaces de glissement, des localisations de dislocations quasi-coplanaires.

Il semble difficile de préciser le domaine thermique de leur développement.

Ce domaine est sans doute peu éloigné de la température de solidification.

La forme des surfaces singulières paraît impliquer une quasi-isotropie du milieu cristallin en ce qui concerne sa résistance au cisaillement, du moins dans ce domaine thermique.

CHAPITRE IV

ESSAIS COMPLEMENTAIRES

1) Essais de détermination de la position de la surface de séparation solide-liquide à un instant donné

La connaissance à chaque instant de la position de la surface de séparation solide-liquide et de sa vitesse de déplacement aurait un grand intérêt. Dans le cadre de notre étude on en pouvait attendre des recoupements précieux et surtout une indication précise et de caractère absolu sur le niveau thermique des pseudo-paliers. En effet la mise en place sur les enregistrements température-temps de l'isotherme température de fusion comporte des causes d'erreurs pouvant atteindre quelques degrés dans les cas les plus défavorables (erreurs très supérieures à celles que peuvent comporter les positions relatives des courbes enregistrées). La connaissance de l'instant d'arrivée de la surface de solidification au niveau d'un couple et le report de cet instant sur un enregistrement aurait donné la valeur absolue de la température en un point de cet enregistrement et par là en tout autre.

D'une façon plus générale tout moyen d'observation directe de la progression de la surface de solidification est de nature à faciliter l'étude de l'efficacité de refroidisseurs de forme complexe comme ceux qu'on peut rencontrer dans la

pratique industrielle et la mise en évidence de relations éventuelles entre loi de refroidissement et textures.

Deux voies pouvaient être envisagées pour l'étude du déplacement de la surface de solidification :

- celle du sondage, permanent ou discontinu,
- celle du marquage de la surface.

Le sondage présentait à priori l'intérêt d'une information au cours même de l'essai. Malheureusement, dans ses réalisations les plus simples du moins, il présentait l'inconvénient grave d'être hautement perturbateur. Par exemple la plongée d'aiguilles sondes jusqu'à la surface de solidification risquait avec des aiguilles pointues pénétrant plus ou moins dans le solide de donner des cotes erronées ; la plongée d'aiguilles à extrémité aplatie pouvait donner lieu à des entraînement de liquide et à des perturbations thermiques inacceptables. De toutes façons l'obstacle de l'encombrement restait très difficile à surmonter.

Le marquage pouvait paraître une voie plus séduisante, malgré les difficultés de coupe des lingots et de leur examen micrographique, en raison surtout de son application éventuelle à l'étude de la solidification de moulages industriels de forme quelconque. Restait à trouver un moyen efficace de marquage du temps au niveau de la surface de séparation solide-liquide.

Les moyens mécaniques (tels que la torsion d'un ruban plongé dans le métal en cours de solidification) ayant dû être écartés les uns après les autres pour des raisons de fiabilité insuffisante, nous avons essayé un apport périodique de chaleur à l'aide d'une résistance électrique isolée plongeant dans le métal en cours de solidification. Fig. 4 Le passage d'un courant de l'ordre de 5A, sous une centaine de volts, pendant 0,2 à 0,6 secondes, toutes les 4 secondes, a permis un apport périodique de 25 à 75 joules, uniformément répartis à la surface d'un cylindre de 1,8m/m de diamètre, ayant la hauteur du lingot, 105 millimètres environ. Cet apport périodique devait être sans effet appréciable sur le métal déjà solidifié, d'effet très limité sur le liquide assez bon conducteur pour diffuser la chaleur reçue avant solidification, mais donner lieu à un ralentissement temporaire bien localisé de la montée de la surface de séparation solide-liquide. Nous avons pensé qu'il en résulterait des singularités de texture au voisinage immédiat de la résistance chauffante, singularités dont l'espacement aurait donné la vitesse de déplacement de la surface de solidification.

L'examen micrographique de coupes verticales proches de la résistance chauffante n'a pas montré de singularités attribuables à l'apport calorifique et au retard local qu'il entraîne pour la solidification, résultat décevant en ce qui concerne la possibilité de marquage par ce moyen commode, mais en accord avec l'uniformité de texture intra-cristalline de des lingots, qui se montre quasi-insensible à de grandes différences de vitesse moyenne de refroidissement.

Toutefois l'échec de marquage par apport thermique périodique ne permet en aucune façon de préjuger de l'échec ou du succès d'une action périodique d'une autre nature.

Parmi les moyens de sondage continu, peu perturbateurs, nous avons finalement retenu la variation de fréquence d'oscillation propre d'un pendule oscillateur bifilaire, porté par une tige d'alumine et plongeant dans le métal, dont la longueur libre se trouve progressivement réduite par la montée de la surface séparant le solide du liquide

Cette fréquence, qui peut être enregistrée en fonction du temps en même temps que la température en tout point du métal, est inversement proportionnelle à la racine carrée de la longueur libre des fils. En première approximation elle ne dépend pas des caractéristiques mécaniques des fils (supposés suffisamment souples, diamètre 0,1 mm), ni de l'amplitude des oscillations (qui reste faible).

Le bifilaire porte un aimant et un miroir. L'oscillation propre est entretenue. Un faisceau lumineux renvoyé par le miroir, balaye deux cellules photoélectriques. Celles-ci délivrent à chaque balayage dans un sens déterminé un signal polarisé, réglable en amplitude, durée et phase, qui est envoyé dans une bobine agissant sur l'aimant du bifilaire (Fig5).

Figure 4

Transformateur
à tension variable

interrupteur cyclique

Enregistreur

couples thermoelectriques
montage en différentiel

Bloc à T_1 Cte T_0

résistance
chauffante

creuset en réfrac-
taire

refroidisseur en graphite

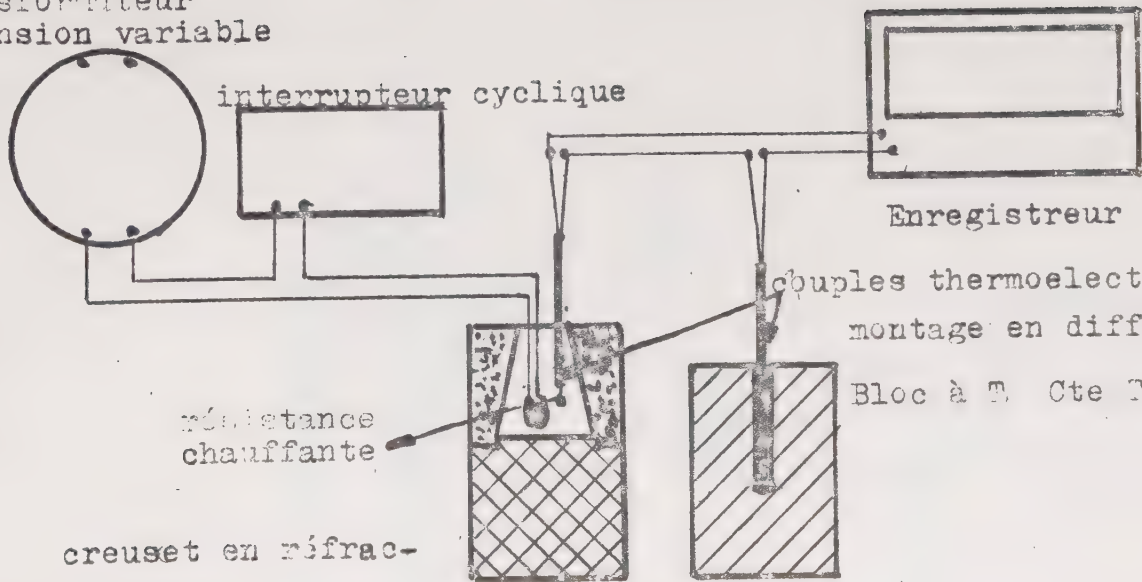
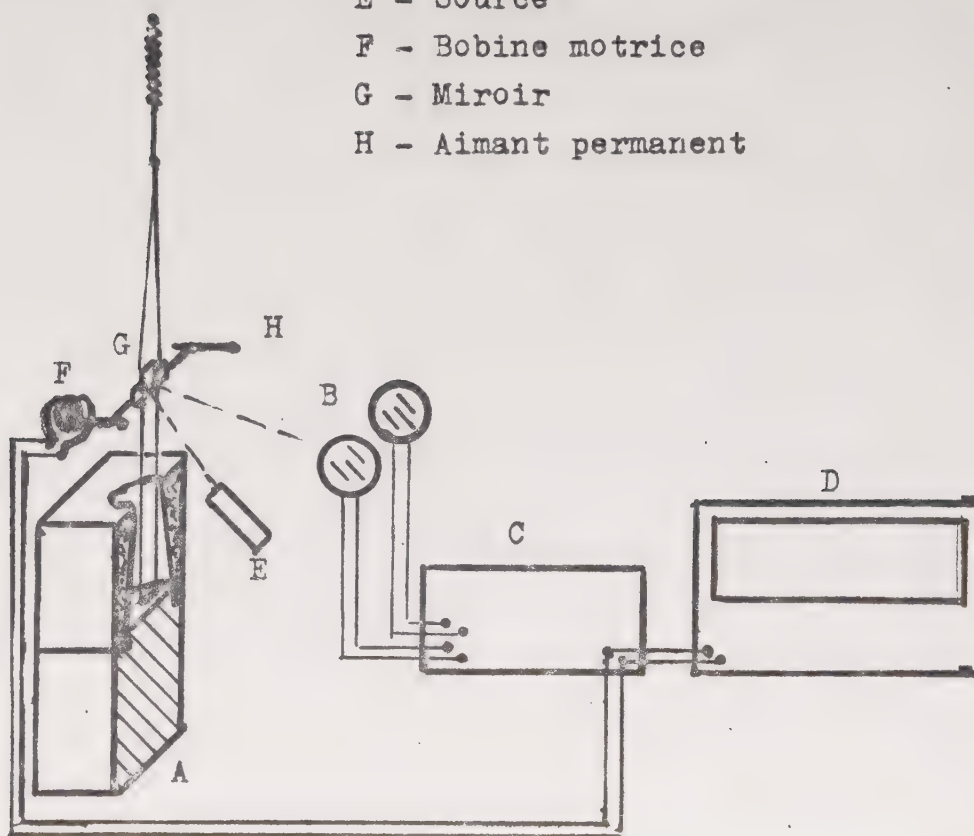


Figure 5

- A - Creuset réfractaire avec bloc refroidisseur
- B - Cellules
- C - Lecteur amplificateur photo-
electrique
- D - Enregistreur
- E - Source
- F - Bobine motrice
- G - Miroir
- H - Aimant permanent



Ce procédé de mesure du déplacement de la surface de solidification s'est montré inutilisable avec l'aluminium. Ce métal se recouvre en effet immédiatement d'une membrane d'alumine que les fils entraînent, déchirent et replient. L'oscillation peut s'en trouver rapidement bloquée. De toutes façons la période est modifiée de façon imprévisible. En revanche le fonctionnement est normal avec d'autres métaux, tels que l'étain.

La mesure de la fréquence enregistrée n'est pas facile et sa loi de variation n'est pas favorable à une détermination précise de la longueur du bifilaire immobilisée. Mais outre l'encombrement du bifilaire ne permet guère son utilisation simultanée avec plus d'un couple donnant la température en un point du métal. On a pu cependant vérifier avec un couple à 65 millimètres du refroidisseur que la surface de séparation du solide et du liquide se trouvait à 45 mm de ce refroidisseur, donc à 20 mm au-dessous du couple, au moment de l'amorce du pseudo-palier sur la courbe température temps fournie par ce couple.

2) Essais de mise en évidence du caractère périodique de la croissance, par voie thermique

L'examen micrographique ne laisse aucun doute en ce qui concerne le caractère périodique de la croissance cristalline, périodicité dans le temps et périodicité dans l'espace, la première semblant être conséquence de la seconde qui s'écarte peu d'une valeur moyenne. Avec l'aluminium, dans les conditions de nos essais (vitesse de refroidissement de l'ordre d'un à deux degrés/seconde dans le domaine thermique voisin du point de fusion 600° - 700°) la périodicité déduite de l'espacement moyen des localisations dans la mosaïque d'une section parallèle au refroidisseur est de l'ordre de 0,03 mm

On a vu précédemment que deux hypothèses avaient été envisagées en ce qui concerne la croissance cristalline :

- une croissance approximativement normale au refroidisseur, donc suivant le gradient thermique ;
- une croissance par rangées quasi-parallèles au refroidisseur.

Dans le cadre de la première hypothèse la période est difficile à préciser à partir des données micrographiques. Toutefois elle semble être de l'ordre de quelques dixièmes de millimètres, ce qui correspondrait à une période des bonds de la surface de séparation solide-liquide de l'ordre de la demi-seconde.

Une telle périodicité devrait se manifester sur les courbes température-temps sauf réduction trop grande de l'amplitude du fait des déphasages entre flux thermiques venant de points à distances diverses du couple enregistreur.

Divers essais ont été faits de façon à éliminer le plus possible de tels déphasages :

- solidification en creuset-refroidisseur hémisphérique, le couple étant au centre,
- solidification au contact d'une sphère de cuivre froide portant le couple en son centre et plongée brusquement dans le métal liquide.

Comme indiqué précédemment, les enregistrements obtenus dans ces conditions n'ont jamais montré de singularités attribuables à une discontinuité de la croissance normalement au refroidisseur.

Dans le cadre de l'hypothèse d'une croissance par rangées parallèles au refroidisseur il est bien difficile de définir une périodicité dans le temps à partir de l'espacement régulier des localisations-mosaïques : la vitesse de montée de la surface de solidification est alors une résultante complexe laissant toute liberté aux croissances élémentaires suivant des rangées quasi-parallèles au refroidisseur. De toutes façons la fréquence des bonds de croissance suivant ces rangées est très grandes, conduisant nécessairement à la continuité des courbes enregistrées.

3) Exploration du champ thermique au cours de la solidification

L'enregistrement de la variation de la température en fonction du temps, en un point déterminé du métal au cours de la solidification, ne présente aucune difficulté sérieuse, ni théorique, ni pratique. Mais des difficultés apparaissent dès qu'on veut augmenter le nombre de points d'étude, au delà de 5 ou 6, pour les faibles dimensions de creuset imposées par le souci d'obtenir des vitesses élevées de refroidissement.

Ces difficultés résultent notamment de l'encombrement des gaines d'alumine isolant les couples et leur capacité calorifique.

La régularité du processus de solidification est inévitablement affectée plus ou moins par leur présence au voisinage immédiat des couples, justement là où toute perturbation est indésirable. On éviterait ces difficultés si les fils de couples pouvaient être efficacement isolés par un émail.

On est amené, pour éviter des solidifications locales prématurées, à remplir les creusets de métal chauffé très nettement au-dessus du point de fusion (750° à 800° C par exemple pour l'aluminium) et dans ces conditions la destruction d'un émail isolant est presque certaine (écaillage par choc thermique, attaque chimique, notamment avec l'aluminium).

On est donc dans l'obligation d'utiliser un isolement par gaines d'alumine et de limiter le nombre de couples à 5 ou 6.

Dans ces conditions il devient très difficile de dresser une carte thermique à chaque instant et même de déduire d'un essai une représentation suffisamment précise de la température à un instant sur une verticale entre surface libre et refroidisseur. D'où l'intérêt d'une exploration spatiale complétant l'étude en un point en fonction du temps ; exploration qu'il faudrait pouvoir faire à temps donné.

En réalité une exploration par couple mobile exige toujours un certain temps. Elle donne donc inévitablement une image déformée et la déformation sera inadmissible si l'exploration est trop lente. Trop rapide, elle ne permettrait pas l'établissement de l'équilibre thermique entre couple et métal en contact, conduisant aussi à une carte thermique déformée. En outre les déplacements rapides créent inévitablement des courants de convection perturbateurs.

A ces difficultés s'ajoutent l'impossibilité d'exploration dans la partie solidifiée et le risque de voir le couple mobile atteint par la surface de solidification et bloqué.

Pour surmonter les plus sérieux de ces obstacles on a utilisé l'artifice suivant : deux tubes de laiton paral-

lèles, de petit diamètre et à parois minces, plongent dans le creuset jusqu'au refroidisseur. Ils permettent la libre circulation de deux couples, dont les fils sont sous gaine d'alumine, mais dont la soudure nue peut prendre rapidement la température du tube de laiton.

Les déplacements des couples, commandés par la rotation d'un vilebrequin, sont opposés entre un point mort bas, au voisinage immédiat du refroidisseur, et un point mort haut, un peu au-dessous de la surface libre du métal.

Cinq ou six courses complètes d'exploration peuvent être faites pendant la durée de la solidification, un peu supérieure à la minute.

Les écart de température entre tube et métal en contact sont certainement négligeables.

Ils sont importants entre tubes et couples du fait de l'inertie des couples. La confrontation des enregistrements fournis par un couple au cours d'explorations successives et par les deux couples au cours de leurs mouvements opposés simultanés donne de nombreuses indications quant aux corrections nécessaires.

Les enregistrements sur papier millimétré se déroulant à vitesse uniforme donnent des températures en fonction du temps.

Le changement de coordonnées pour avoir les températures en fonction de la distance du couple au refroidisseur ne présente aucune difficulté de principe.

Toutefois on constate que la forme des courbes ainsi obtenues et surtout leur orientation d'ensemble sont très sensibles aux choix du point d'origine (qui doit correspondre à un même instant pour les deux couples et de préférence à celui de leurs passages opposés à la même hauteur) si bien que les caractéristiques découlant de la symétrie de principe du dispositif fixent cette origine beaucoup mieux qu'un repérage géométrique affecté par les jeux et défauts de construction, ainsi que les positions relatives des courbes données par l'un ou par l'autre couple.

C'est ainsi par exemple qu'aux instants t_1 et t_2 (points M_1, M'_1, M_2, M'_2), correspondant à des mi-courses et à des passages des couples au même niveau en sens contraire, le couple montant, qui vient de régions plus froides, doit forcément être à température plus basse que le descendant qui quitte des régions plus chaudes et les écarts de température aux rencontres successives doivent être à peu près les mêmes.

Cette condition fixe les positions relatives des deux ensembles de boucles avec une grande précision.

En l'absence de refroidissement général du métal (qui est relativement lent) l'asymétrie des boucles n'aurait pas, en principe, d'autre origine que l'inertie des couples.

Le refroidissement du métal est aussi à l'origine de l'altération progressive de la forme des boucles successives, des différences entre la courbe fournie par le couple qui monte à l'instant initial et la courbe fournie par l'autre couple (la première a une forme intermédiaire entre celles de deux boucles successives de la courbe fournie par cet autre couple au lieu d'être identique, à la translation près d'une demi-période).

La grandeur des anomalies résultant de ces facteurs perturbateurs est donc limitée et leur implantation le long des courbes peut être prévue avec une approximation assez bonne.

Il en résulte la possibilité d'apporter des corrections valables aux courbes transformées et notamment d'éliminer l'essentiel des conséquences de l'inertie des couples.

A ces moyens s'ajoute la confrontation des courbes température-niveau du couple à temps donné avec des points extraits des enregistrements de la température en fonction du temps à niveau donné, ainsi que la confrontation réciproque. Cette confrontation n'est possible qu'avec des courbes enregistrées toutes au cours d'un même essai, les points comparés devant correspondre à un même instant : Les courbes obtenues par exploration sont en effet fonctions rapidement variables du temps. On le constate aisément :

soit P_1 P_3 P_5 trois points aux cotes 1, 3, 5 cm, niveaux des coupes d'enregistrement de la température en fonction du temps, sur une courbe tirée d'un essai d'exploration au temps t . Supposons que t soit tel que pour l'enregistrement température-temps on soit juste au début du pseudo-palier au niveau de P_3 , tandis qu'on y est pas encore au niveau P_5 et qu'au niveau P_1 , où il n'y a pas de palier, la solidification est achevée. Au temps t' suivant de peu t la température aura à peine varié au niveau 3, diminué sensiblement au niveau 5 où on aura atteint le pseudo-palier et beaucoup baissé en 1 où le solide s'est refroidi : La courbe P_1' P_3' P_5' à t' , a donc une courbure plus grande que P_1 , P_3 , P_5 , à t , une pente accrue en moyenne entre les niveau 1 et 3, réduite entre les niveaux 3 et 5.

figure 6

Légende de la figure 6

La figure 6 montre superposées les boucles (correspondant aux courses successives d'exploration) de la courbe température en fonction du niveau aux temps t_1 t_2 t_n courbe déduite des deux courbes d'exploration enregistrées et soumises à transformation des abscisses temps en abscisse niveau. Ces courbes enregistrées et transformées sont tracées en points et tirées, limitées pour raisons de clarté à la première course d'exploration complète.

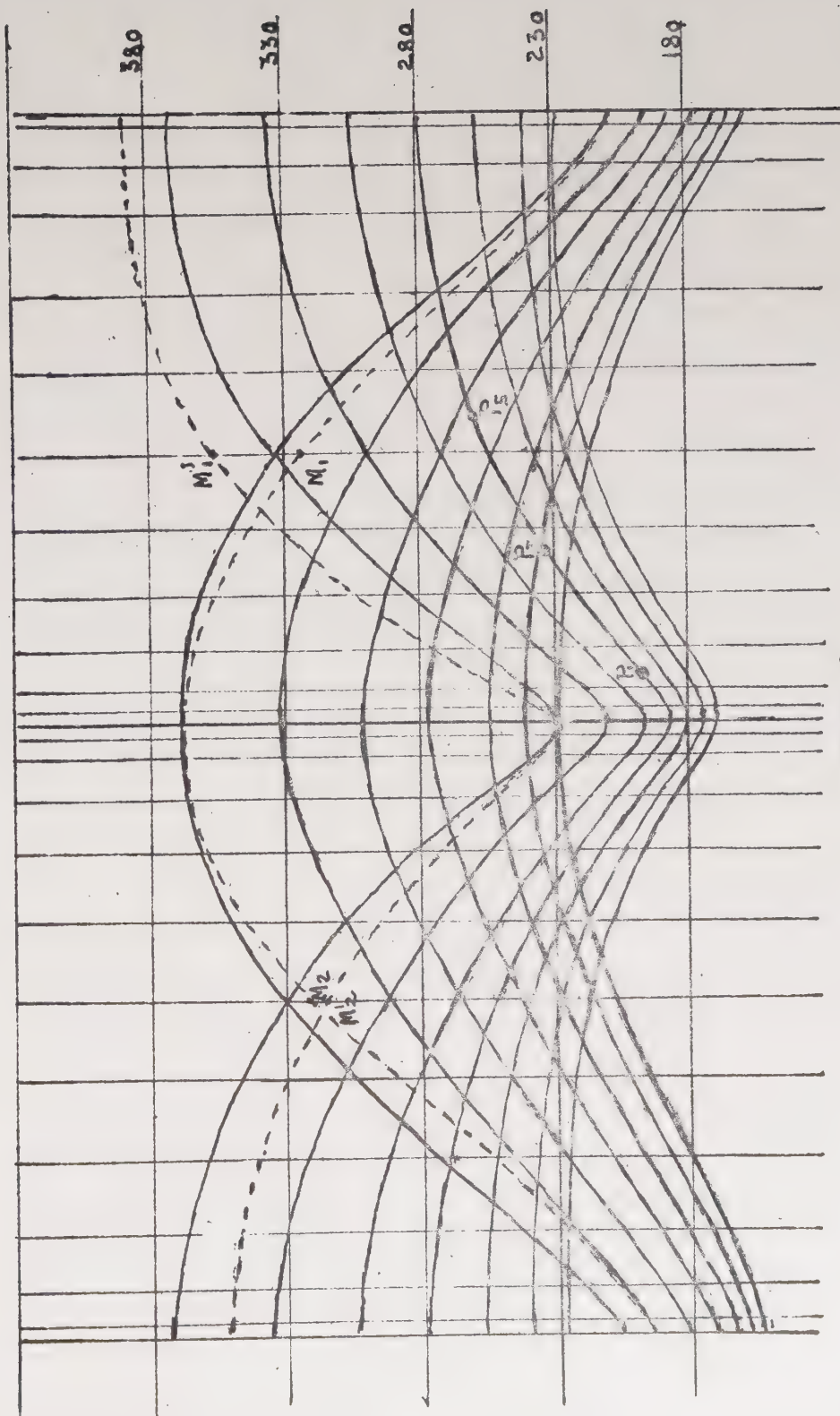


FIG. 6

C O N C L U S I O N S

Au terme d'une étude limitée principalement par les moyens très particuliers que ses prolongements éventuels dans le domaine des propriétés mécaniques auraient exigés, il y a lieu sans doute de tenter un inventaire des points acquis et des incertitudes pouvant justifier des compléments de recherche.

La solidification dirigée par refroidisseur, voie principale d'évacuation de la chaleur, se fait suivant un processus défini dont le mécanisme et les conséquences dépendent à peine de la vitesse de refroidissement dans le très large domaine allant de la solidification en moins d'une seconde (goutte de métal liquide versée sur une plaque métallique froide) à la solidification lente commençant à mettre en jeu localement des phénomènes de germination.

La périodicité cristalline a un effet directeur assez puissant pour que les perturbations éventuelles se limitent aux divers défauts bien connus, si bien qu'elle conduit à des édifices presque complètement indépendants des circonstances qui ont entouré leur croissance (un arrêt de développement, même prolongé, suivi de reprise, n'est marqué en général par aucune variation de périodicité, ni d'orientation des plans réticulaires et rangées). Cependant ces circonstances laissent des traces qui pourraient permettre en principe, de reconstituer l'histoire du cristal.

Les traces les plus apparentes sont des localisations intra-cristallines d'ions étrangers, impuretés ou additions, le plus souvent variations de concentration de ces ions, progressives, sans limites définies.

Tantôt, par rejet jusqu'aux frontières temporaires ou définitives d'un élément cristallin, elles forment des chapelets jalonnant une surface de rencontre de cet élément avec d'autres parties du même cristal, mais d'âge différent, tantôt par la régularité de leur forme et de leur implantation elles témoignent du caractère discontinu de la croissance et de la mise en jeu d'un mécanisme défini susceptible de lui donner une quasi périodicité dans l'espace et dans le temps.

Sur les détails du processus, dont l'observation directe ne semble pas possible, on doit se contenter d'hypothèses compatibles avec les faits observés.

Il semble que les couches solidifiées successives, parallèles aux surfaces isothermes, donc aussi quasi-parallèles aux surfaces-refroidisseurs, sont formées par allongement et juxtaposition de rangées denses, dans l'aluminium parallèles aux diagonales de faces du cube.

Cette croissance, discontinue, paraît mettre en jeu l'implantation d'unités dont la forme et le volume, assez constants pour raisons essentiellement thermiques, imposent à la croissance sa quasi-périodicité dans l'espace et dans le temps.

Très indépendante de la périodicité cristalline la périodicité de croissance, dont l'échelle est de l'ordre du dixième de millimètre, n'en a pas la rigueur : elle découle en effet non de forces, mais de circonstances, reproduction de conditions locales (la forme en escalier des surfaces isothermes par exemple), répétition d'un mécanisme très constant.

Elle assure néanmoins l'alignement des localisations d'étrangers sous l'aspect habituel très remarquable de batonnets dont l'implantation paraît seule significative et non les dimensions ou la forme (qui peuvent dépendre de l'action du réactif d'attaque micrographique, plus ou moins étendue et variable avec l'orientation du plan d'examen)

Une "texture intracristalline", témoin des circonstances générales et locales de la solidification, apparaît ainsi.

Il n'est pas douteux qu'elle est en relation avec les propriétés mécaniques intra-cristallines, elles-mêmes sous la dépendance des défauts géométriques et des étrangers piégés par ces défauts.

L'étude de telles relations paraît impliquer au départ à la fois une miniaturisation des éprouvettes (rendue possible par des moyens d'usinage tels que l'électroérosion) et l'observation sous contraintes des déformations locales,

des glissements, de l'amorce des micro-fracture.

Malgré le grand nombre et la diversité des essais la "carte thermique" à un instant donné du métal en cours de solidification et l'évolution de cette carte au cours du temps ne peuvent être considérées comme établies avec toute la précision désirable.

Heureusement pour ce qui touche aux applications éventuelles, les conséquences sur la texture intracristalline et les propriétés d'usage de variations locales importantes du facteur vitesse de refroidissement semblent rester de second ordre.

Deux certitudes s'en dégagent cependant . L'écran thermique mobile et à température constante constitué par la surface entre solide et liquide sépare une région solidifiée à gradient thermique élevé d'une région à gradient thermique plus faible

Les courbes représentatives de la température en fonction de la distance à un repère fixe, tel que la surface du refroidisseur, ne paraissent pas présenter de singularités remarquables, si ce n'est une variation de pente à la rencontre avec la surface de solidification.

Des études complémentaires seraient nécessaires pour préciser la forme de ces courbes

Les difficultés, venues principalement de l'isolement des couples et susceptibles de masquer certaines singu-

larités, pourraient sans doute être très diminuées par un choix convenable des conditions expérimentales (métal fusible à basse température, couples en fils très fins vernis, bon contact thermique de ces couples par l'intermédiaire d'un métal liquide, par exemple du mercure, dans les tubes).

Nous nous proposons de reprendre dans de telles conditions les essais d'exploration dans le métal en cours de solidification.

Les courbes représentatives de la température en fonction du temps à un niveau déterminé peuvent au contraire présenter des singularités remarquables, notamment des pseudo-paliers dont l'existence dépend des particularités géométriques du dispositif expérimental (creuset refroidisseur), de la vitesse moyenne de refroidissement, de l'implantation du couple dans le creuset.

Leur apparition est brusque pour de faibles variations de ces facteurs, leurs débuts sont quasi simultanés, quand ils existent à plusieurs niveaux, leur longueur, leur niveau thermique, plus élevé que la température de solidification complète du métal, sont fonctions croissantes de la distance séparant le point étudié du refroidisseur et fonctions décroissantes de l'efficacité de ce refroidisseur.

Ils résultent d'une compensation temporaire, au point où le couple est implanté, entre la chaleur évacuée vers la surface de solidification et la chaleur reçue du liquide surmontant le couple.

Le principal intérêt de leur observation est de donner une voie nouvelle d'interprétation aux particularités très diverses des courbes d'analyse thermiques obtenues par d'autres expérimentateurs, particularités pouvant résulter de la superposition de modes de solidification différents, par germination et dirigée plus ou moins par l'action refroidissante de parois conductrices de la chaleur (creuset en graphites par exemple).

Alors un pseudo-palier peut apparaître : mais, au lieu de se raccorder à la courbe de refroidissement plus rapide d'un solide développé à partir d'une surface refroidissante, il peut conduire à une température de surfusion et aux singularités bien connues qui accompagnent ce phénomène.

Les alliages dont le changement d'état occupe un domaine thermique d'étendue appréciable pourrait conduire à des formes plus compliquées.

B I B L I O G R A P H I E

1. PORTEVIN - Les phénomènes de solidification et transformation des alliages Rev. Metallurg. 1907
2. CHALMERS - J. Australian Inst. Met. 8. 255 1963
3. RUDDLE - The solidification of castings Inst. Metals London 1957
4. H. F. BISHOP and W. S. PELLINI Foundry 1952
5. WALLON B. CHALMERS - Trans. Met. Soc 1954
6. CHALMERS - Proc. Roy. Soc. 1948
7. A. KOLM et PHILIBERT. - Communication présentée aux journées métallurgiques d'Automne de la Société française de métallurgie 1959
8. R. RUDDLE et A. L. MINCHER - The influence of the mode of solidification of sand castings. Inst. Of Metal 1950
9. WINEGARD and CHALMERS - Trans. Am. Soc. Met. 1954
10. P. E. DOHERTY and R. S. DAVIS Acta Met. 1959
11. RUTTER and CHALMERS - Can. J. Phys. 1953
12. CHALMERS Trans. AIME 1956
13. SMIALOWSKI Z. Metallk 1937
14. POND. and KESSLER - J. Met. 1951
15. BILONI Can J. Phys. 1961
16. CHADWICK - Acta Met 1962
17. NORTHCOTT J. Inst. Met. 1939
18. CHALMERS - Principles of solidification
19. A. KOHN. - La solidification des lingots en aciers calmé Mémoires scientifiques Rev. Met. 1963

S O M M A I R E

<u>INTRODUCTION</u>	8
- La solidification rapide dirigée par un refroidisseur..... ..	10
- le processus de solidification dirigée : aspect thermique.....	12
- a la solidification rapide dirigée correspond une texture intracris- talline..... ..	18
 <u>CHAPITRE I : LES ESSAIS</u>	24
- conditions de refroidissement.....	24
- essais d'enregistrement... ..	27
- singularités des enregistrements.	30
 <u>CHAPITRE II : INTERPRETATION DES RESULTATS</u>	39
 <u>CHAPITRE III : LES TEXTURES</u>	47
- la texture à l'échelle macrographique..	51
- à l'échelle micrographique une texture intracristalline..... ..	54
- hypothèses sur le processus de soli- dification..... ..	55
- action du revenu..... ..	68
- formes particulières des localisations	69
- observation de singularités géométri- ques dans les lingots..... ..	70

<u>CHAPITRE IV : ESSAIS COMPLEMENTAIRES</u>	74
- essais de détermination de la position de la surface de séparation solide-liquide à un instant donné....	74
- essais de mise en évidence du carac- tère périodique de la croissance, per voie thermique.....	80
- exploration du champ thermique au cours de la solidification.....	82
<u>CONCLUSION</u>	89
<u>BIBLIOGRAPHIE</u>	95

